

## **Diplomarbeit**

# **Ätzung und Charakterisierung von Strukturen mit hohem Aspektverhältnis in Silizium am Beispiel von Through-Wafer-Via-Holes**

von

**Wiebke Schumann**

geboren am 10. Dezember 1984 in Jena

Studiengang:                      Wirtschaftsingenieurwesen  
    Fachrichtung Elektrotechnik und Informationstechnik

Verantwortlicher Professor: Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Ivo W. Rangelow

Betreuer:                              Dr. rer. nat. Burkhard E. Volland

Anmeldedatum:                      01.04.2009

Abgabedatum:                        17.09.2009

# Danksagung

Ich danke Professor Ivo W. Rangelow und Dr. Burkhard E. Volland für die gute Betreuung. Auch die Unterstützung des ZMN-Teams während der Versuche und die Beratung von Dr. Kai-Olaf Subke während der Literaturrecherche waren für diese Arbeit sehr wertvoll.

Im Rahmen meiner Diplomarbeit und der Zusammenarbeit zwischen dem Massachusetts Institute of Technology und dem Fachgebiet Mikro- und Nanoelektronische Systeme hatte ich, durch Professor Rangelows Vermittlung, die Gelegenheit, einen Forschungsaufenthalt am MIT durchzuführen. Für diese einmalige Erfahrung danke ich meinem dortigen Betreuer Dr. Georg E. Fantner sowie Professor Kamal Youcef-Toumi und dem Deutschen Akademischen Austausch Dienst (Stipendium D/08/50444).

Die vorliegende Diplomarbeit wurde im Rahmen des Projektes PRONANO (Proposal/Contract no.: IP 515739-2 PRONANO) durchgeführt.

---

# Inhalt

Abkürzungen und Begriffe .....	III
Tabellenverzeichnis.....	IV
Abbildungsverzeichnis.....	V
1 Einleitung .....	1
2 Ätzen von tiefen Strukturen in Silizium .....	5
2.1 Nasschemisches Ätzen .....	5
2.2 Trockenätzen .....	6
2.2.1 Reaktives Ionenätzen.....	6
2.2.2 „Gas Chopping“ Ätzprozesse .....	8
2.2.3 Mögliche Limitierende Faktoren beim Trockenätzen tiefer Strukturen .....	10
Fehlende Neutralteilchen (durch Neutralteilchentransport limitierter Bereich) .....	11
Zu geringe Reaktionswahrscheinlichkeit am Strukturboden bei vorhandenen Neutralteilchen (Reaktions-limitierter Bereich) .....	13
Wann ist welcher Mechanismus limitierend? .....	15
Persönliche Einschätzung .....	22
2.2.4 Neutralteilchenstrahl-Ätzen .....	24
Vorteile und mögliche Grenzen des NBE .....	24
Bisherige Ergebnisse und Einschätzung des Verfahrens.....	25
2.3 Übersicht erreichter Aspektverhältnisse .....	26
3 Statistische Versuchsplanung zur Entwicklung eines Through-Wafer Via Hole Ätzprozesses.....	28
3.1 Ätzanlage und Material.....	29
3.2 Anwendung der Methode der statistischen Versuchsplanung auf das Problem der Entwicklung eines Ätzprozesses zum Ätzen von Through-Wafer-Via-Holes .....	31
3.3 Festlegen der Zielgrößen .....	32
3.4 Parameter- und Versuchsplanauswahl.....	33
3.5 Vorversuche .....	40
3.6 Versuche nach statistischem Versuchsplan.....	48

---

3.6.1	Der Versuchsplan.....	48
3.6.2	Versuchsdurchführung .....	50
3.6.3	Versuchsauswertung.....	52
3.6.4	Ergebnisse .....	55
	Empirische Modelle .....	59
3.6.5	Diskussion.....	60
3.6.6	Zusammenfassung.....	65
3.7	Optimierungsversuche .....	65
3.7.1	Durchätzen des Wafers mit bestem Rezept der Versuchsplanung .....	65
3.7.2	Variation der Drosselklappenstellung .....	66
3.7.3	Erhöhung der ICP-Leistung.....	70
3.7.4	Zusammenfassung.....	71
4	Zusammenfassung und Ausblick.....	72
	Anhang – Eigene Veröffentlichungen .....	75
	Literatur.....	111
	Eidesstattliche Erklärung .....	117

## Abkürzungen und Begriffe

AR	Aspektverhältnis (aspect ratio) Verhältnis von Strukturtiefe zu Strukturbreite
$\beta$	Verhältnis von Ätz- zu Depositionszeit
CCP	Kapazitiv gekoppeltes Plasma (Capacitively Coupled Plasma)
CD	kleinste Strukturbreite (critical dimension)
$E_{\text{Bias}}$	gerichtete Ionenenergie infolge der Bias-Spannung
ECR	Electro Zyklotron Resonanz (Electro Cyclotron Resonance)
Einflussfaktor	Einflussgröße
Effekt	mittlere Wirkung eines Einflussfaktors auf eine Zielgröße, der von der unteren Stufe auf die obere Stufe gesetzt wird
ER	Ätzrate (etch rate)
Faktorstufe	Ausprägung eines Faktors innerhalb des Versuches
Faktorstufenkombination	jeweilige Kombination der Stufen aller Faktoren während eines Versuches
$\Delta i$ bzw. $\Delta j$	Variable des Prognosemodells (siehe Formel (3.9))
IAD	Ionenwinkelverteilung (Ion Angular Distribution)
IED	Ionenenergieverteilung (Ion Energy Distribution)
ICP	Induktivgekoppeltes Plasma (Inductively Coupled Plasma)
k	$= 8,617343 \cdot 10^{-5} \text{ eV/K}$ Boltzmann Konstante
$K_i$	Einflussfaktor-Koeffizient für das Prognosemodell (Formel (3.9))
$K_{ij}$	Wechselwirkungs-Koeffizient für das Prognosemodell (Formel (3.9))
NBE	Neutralteilchenstrahl-Ätzen (Neutral Beam Etching)
RIE	Reaktives Ionenätzen (Reactive Ion Etching)
SEM	Sekundär Elektronen Mikroskop
$T_i$	Ionentemperatur gibt die laterale Bewegungsenergie der Ionen an
Wechselwirkung	gibt die Wirkungsänderung beim Wechsel eines Faktors von der unteren auf die obere Stufe bei gleichzeitiger Variation eines anderen Faktors an

# Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Typische Werte wichtiger Parameter beim Ätzen mit „Gas Chopping“ Prozessen aus [27] .....	9
Tabelle 2: Einteilung der winkelabhängigen Ätzausbeute nach Yin und Sawin [51] .....	18
Tabelle 3: Übersicht maximaler Aspektverhältnisse beim Ätzen tiefer Strukturen in Silizium. [3D] = dreidimensionale Strukturen, [T] = Gräben (Trenches), [H] = Löcher (Holes) .....	27
Tabelle 4: Einflussfaktoren .....	35
Tabelle 5: Typische Werte für RIE-Prozesse mit SF <sub>6</sub> /O <sub>2</sub> -Plasma [15] .....	37
Tabelle 6: Ausgangseinstellung der Anlage bei den Vorversuchen.....	41
Tabelle 7: Versuchsergebnisse SF <sub>6</sub> -Variation - Vorversuche 1-3.....	42
Tabelle 8: Parametervariation O <sub>2</sub> -Versuche - Vorversuche 4-6.....	43
Tabelle 9: Versuchsergebnisse RF-Power-Variation - Vorversuche 8 und 9.....	44
Tabelle 10: Versuchsergebnisse Variation von Ätz- zu Depositionszeit - Vorversuche 10 und 11 .....	46
Tabelle 11: Ausgewählte Einflussfaktoren und ihre Stufen .....	49
Tabelle 12: Versuchsplan .....	50
Tabelle 13: Vorzeichenspalten zur Berechnung der Effekte der Einflussfaktoren und Wechselwirkungen .....	53
Tabelle 14: Ergebnisse der Versuche nach statistischem Versuchsplan – Effekte. (rot 95%-, orange 90%-, gelb 80%-Signifikanzniveau) .....	56
Tabelle 15: Ergebnisse der besten Einzelversuche hinsichtlich Gesamteindruck, Tiefe, Durchmesser, Aspektverhältnis und Uniformität .....	57
Tabelle 16: Koeffizienten für die zugeschnittenen Größengleichungen des linearen Modells .....	60

# Abbildungsverzeichnis

Bild 1: Vertikale Kontakte in 2D-Cantilever-Arrays (Projekt PRONANO) [6].....	2
Bild 2: Ein-Faktor-Methode im Vergleich zur statistischen Versuchsplanung am Beispiel von zwei Faktoren. A: Bei „konventionellen“ Versuchsreihen (Einfaktormethode) werden die Parameter nur einzeln variiert. Deshalb können nur Rückschlüsse auf das Verhalten des Systems entlang der Parameterachsen (grün) gezogen werden, der übrige Versuchsraum bleibt unbekannt (orange). B: bei der statistischen Versuchsplanung werden mehrere Faktoren gleichzeitig variiert, so dass der gesamte Versuchsraum untersucht wird.....	3
Bild 3: "Gas Chopping" Prozess. Im Depositionsschritt (A) wird mit $C_xF_y$ (hellblau) eine Polymerschicht (blau) auf Maske (dunkelgrau) und Silizium (beige) abgeschieden. Im Ätzschritt wird zunächst mit Hilfe der Ionen (rot) die Polymerschicht entfernt (B), anschließend wird das Silizium durch die Fluor-Radikale (dunkelrot) geätzt und als $SiF_4$ (grün) abtransportiert. Danach folgt wieder ein Depositionsschritt (D). Nach einigen Wiederholungen resultiert ein Ätzprofil wie in E abgebildet.....	8
Bild 4: Querschnitt Through-Wafer-Via-Hole.....	28
Bild 5: Aufbau ICP-RIE-Kammer. Das Gas strömt in die Kammer (a) und wird von der, über die Spule eingekoppelten, ICP-Leistung (b) und der RF-Leistung (c) angeregt. So wird das Plasma (d) gezündet. Die Teilchen schlagen auf den Wafer (e) ein. Die effektive Saugleistung der Vakuumpumpe kann über die Drosselklappe eingestellt werden (f). Die RF-Leistung beeinflusst die Ionenbeschleunigung auf den Wafer und wird über einen Kondensator eingekoppelt, der das Abfließen des Gleichspannungsanteils verhindert. ICP- und RF-Leistung werden über Impedanzanpassungsnetzwerke eingekoppelt.....	30
Bild 6: SEM-Aufnahme Ausgangsversuch der Vorversuche .....	41
Bild 7: SEM-Aufnahmen $SF_6$ -Variation - Vorversuche 1-3. A: $SF_6$ -Fluss von 40 sccm; B: $SF_6$ -Fluss von 200 sccm; C: $SF_6$ -Fluss von 300 sccm. ....	42
Bild 8: SEM-Aufnahmen $O_2$ -Variation - Vorversuche 4-6. A: $O_2$ -Fluss von 100 sccm bei $SF_6$ -Fluss von 130; B: $O_2$ -Fluss von 100 sccm bei $SF_6$ -Fluss von 100; C: $O_2$ -Fluss von 13 sccm bei $SF_6$ -Fluss von 100 sccm. ....	43
Bild 9: SEM-Aufnahmen RF-Power-Variation - Vorversuche 8 und 9. A: RF-Leistung von 5 W; B: RF-Leistung von 30 W .....	45
Bild 10: SEM-Aufnahmen Variation von Ätz zu Depositionszeit (Verhältnis $\beta$ ) - Vorversuche 10 und 11. A: $\beta = 1$ ; B: $\beta = 3$ .....	46
Bild 11: Vorversuch Wafererwärmung – Zeitverlauf der Temperatur (a, b, c, d siehe Text) ..	48
Bild 12: Beste Einzelergebnisse - bestgelungenstes und tiefstes Loch (Versuch 15).....	57
Bild 13: Beste Einzelergebnisse - kleinster Durchmesser (Versuch 6).....	58
Bild 14: Beste Einzelergebnisse - größtes Aspektverhältnis (Versuch 2) .....	58

Bild 15: Beste Einzelergebnisse - beste Uniformität (Versuch 8). A: Loch in der Wafermitte; B: Loch am Waferrend.....	59
Bild 16: Ätztiefe in Abhängigkeit vom Druck .....	61
Bild 17: SEM-Aufnahme Optimierungsversuch 1 – Durchätzen des Wafers .....	66
Bild 18: SEM-Aufnahme Optimierungsversuch 2 - Alternierende Drosselklappeneinstellung	68
Bild 19: SEM-Aufnahme Optimierungsversuch 3 - Drosselklappe 4,5 Stunden auf 82% dann auf 70%.....	69
Bild 20: SEM-Aufnahme Optimierungsversuch 4 - Drosselklappe bei 85,5% (Ätzdruck 55 mTorr) .....	70
Bild 21: SEM-Aufnahme Optimierungsversuch 5 - ICP-Leistung bei 800W.....	71



# 1 Einleitung

Die vorliegende Arbeit zum Erlangen des Diplomgrades im Fach Wirtschaftsingenieurwesen entstand am Fachgebiet für Mikro- und Nanotechnologie an der Technischen Universität Ilmenau.

Die Arbeit stellt die Entwicklung eines „Gas Chopping“ Plasmaätzprozesses zum Ätzen von Through-Wafer-Via-Holes unter Anwendung der statistischen Versuchsplanung dar und gibt einen Überblick über die Literatur beim Tiefenätzen in Silizium.

Ursprünglich wurden Vias zum Verbinden verschiedener Schichten in einem Chip verwendet [1]. Bei Through-Wafer-Via-Holes handelt es sich um Löcher, die durch einen Wafer geätzt werden. Diese werden in der Mikroelektronik hauptsächlich benötigt, um durch einen Mikrochip hindurch elektrische Kontakte herzustellen. Damit ist es z. B. möglich, mehrere Mikrochips bzw. Funktionseinheiten übereinander anzuordnen [2]. Die Vorteile der Platzeinsparung und Verkürzung der Übertragungsstrecken finden beim dreidimensionalen Packaging sowie der Fabrikation von dreidimensionalen elektrischen und MEMS-Strukturen Anwendung [3]. Durch kürzere Distanzen zwischen den Funktionseinheiten sinken die Übertragungszeiten und die Taktraten können erhöht werden. Through-Wafer-Via-Holes erschließen auf diese Weise die dritte Dimension in der eigentlich planaren (zweidimensionalen) Mikroelektronik.

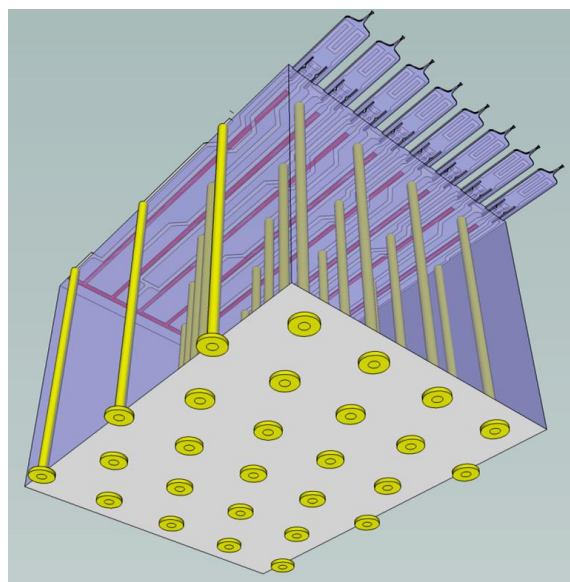
Die Herausforderung bei der Herstellung von Through-Wafer-Via-Holes besteht darin, in Übereinstimmung mit dem Chipdesign Löcher relativ kleinen Durchmessers zu ätzen, damit diese nur ein Minimum an Platz auf der Oberfläche des Mikrochips einnehmen. Trotzdem muss durch den Wafer hindurch geätzt werden, was mit zunehmendem Aspektverhältnis (AR - Verhältnis von Ätztiefe zu maximalem Durchmesser) durch Mechanismen wie Verarmung an Ionen und Ätzradikalen sowie Verschlechterung des Abtransports der Ätzprodukte erschwert wird. Übliche Durchmesser von Through-Wafer-Via-Holes sind 20  $\mu\text{m}$  [2] bis 30  $\mu\text{m}$  [3], wobei letztere die übliche Größe der Kontaktpads aufweisen.

Ziel dieser Arbeit ist es, dem Leser die Entwicklung eines Ätzprozesses zu erläutern und so mit Hilfe der statistischen Versuchsplanung die entscheidenden Einflussgrößen auf das Ätzprofil ausfindig zu machen. Im Gegensatz zu den meisten Arbeiten zum Thema Plasmaätzprozesse wird dabei nicht von den Parametern im Plasma selbst ausgegangen, sondern von den direkt einstellbaren Parametern der Anlage. Über diese werden dann anhand der Literatur Rückschlüsse auf die physikalischen

Vorgänge selbst gezogen. Entscheidend ist jedoch die direkte und gezielte Beeinflussung des Ätzprofils über die einstellbaren Parameter durch den Anwender. Hierzu werden die Haupteinflussfaktoren zu verschiedenen Zielgrößen des Profils, wie z.B. Ätztiefe, Durchmesser des Loches, Aspektverhältnis, Resistabtrag und Seitenwandpassivierung mit einem Minimum an Versuchen untersucht, genannt und jeweils ein empirisches Modell für die Zielgröße in Abhängigkeit von den untersuchten Parametern aufgestellt.

Die vorliegende Diplomarbeit entstand im Rahmen des EU-Projektes PRONANO. Dieses Projektes dient zur Entwicklung eines vollständig adressierbaren 2D-Cantilever-Arrays auf einem VLSI NEMS-Chip (Very Large Scale Integrated Nano Electro Mechanical System) [4]. Mit diesem Sensor sollen höhere Bildraten mittels Parallelisierung von einzeln aktuier- und auslesbaren Cantilevern erreicht werden. Direkt aktuier- und auslesbare Cantilever können, neben dem Einsatz in konventionellen AFMs und zur Lithographie [4], z.B. auch für die Abbildung biologischer Proben in Flüssigkeiten eingesetzt werden [5].

Für den Chip werden, wie in Bild 1 dargestellt, vertikale Verbindungen benötigt, um die Cantilever in 2D-Arrays anzuordnen und Kontakte zur Sensorelektronik herzustellen. Die Löcher sollten eine Tiefe von 300  $\mu\text{m}$  erreichen und einen Durchmesser von 30  $\mu\text{m}$  haben.

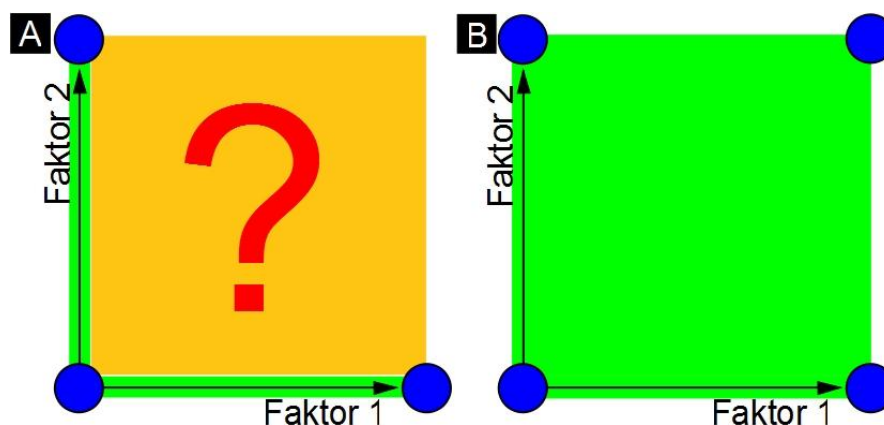


**Bild 1: Vertikale Kontakte in 2D-Cantilever-Arrays (Projekt PRONANO) [6]**

Zum Ätzen dieser Kontaktlöcher stand eine Maschine vom Typ Advanced Silicon Etcher (ASE) des Herstellers STS (Surface Technology Systems) Baujahr 1998 zur Verfügung. Zur Entwicklung des entsprechenden „Gas Chopping“ Prozesses wurde

zunächst ein Rezept getestet, mit dem auf einer ähnlichen Maschine das gewünschte Ergebnis erzielt worden war. Unter einem Rezept versteht man in diesem Zusammenhang eine Abfolge von Ätz- und Depositionsschritten, bei der alle Parameter, wie Ätz- und Depositionszeit, Gasflüsse, eingekoppelte Leistungen usw., definiert sind. Als auch nach Parametervariationen das gewünschte Ergebnis ausblieb, wurde die Methode der statistischen Versuchsplanung ausgewählt um den Ätzprozess zu entwickeln.

Bei „konventionellen“ Versuchsreihen wird nur ein Parameter ausgehend von einem Ausgangszustand variiert (Bild 2 A). Hierbei können nur Rückschlüsse auf die Effekte dieses einen Parameters gezogen werden, wenn alle anderen Parameter sich im Ausgangszustand befinden. Im Versuchsraum werden nur Geraden entlang der Parameterachsen untersucht. Bei der statistischen Versuchsplanung wird hingegen anfangs ein Versuchsplan mit einer bestimmten Anzahl von Versuchen und zu untersuchenden Einflussgrößen festgelegt. Die Durchführung der Versuche, in denen gleichzeitig mehrere Einflussgrößen variiert werden (Bild 2 B), erfolgt dann in zufälliger Reihenfolge. Das hat den Vorteil, dass nicht nur die Effekte der einzelnen Parametervariationen, sondern auch Wechselwirkungen zwischen den Einflussgrößen bei einer minimalen Anzahl von Versuchen erfasst werden können. Dabei wird innerhalb einer Versuchsreihe gleichzeitig der gesamte Parameterraum untersucht. Weiterhin dient die Randomisierung der Versuchsreihenfolge dazu, Störeffekte - wie z. B. Drifts im Maschinenverhalten - bei der Versuchsauswertung statistisch über die einzelnen Effekte zu verteilen. Sie verfälschen so nicht das Ergebnis.



**Bild 2:** Ein-Faktor-Methode im Vergleich zur statistischen Versuchsplanung am Beispiel von zwei Faktoren. A: Bei „konventionellen“ Versuchsreihen (Einfaktormethode) werden die Parameter nur einzeln variiert. Deshalb können nur Rückschlüsse auf das Verhalten des Systems entlang der Parameterachsen (grün) gezogen werden, der übrige Versuchsraum bleibt unbekannt (orange). B: bei der statistischen Versuchsplanung werden mehrere Faktoren gleichzeitig variiert, so dass der gesamte Versuchsraum untersucht wird.

Der anspruchsvollste Teil der statistischen Versuchsplanung besteht in der Planung der Versuche selbst. Es ist entscheidend, dass am Anfang der Planung die richtigen, das heißt die entscheidenden Einflussgrößen ausgewählt werden. Diese müssen in einem Bereich untersucht werden, in dem das Optimum des gesuchten Prozesses zu vermuten ist. Hierfür sind fundierte theoretische Kenntnisse des zu untersuchenden Prozesses unerlässlich. Außerdem empfiehlt es sich Vorversuche durchzuführen, nach denen der Einfluss der einzelnen Parameter abgeschätzt, die wichtigsten Parameter herausgefunden und die zu untersuchenden Parameterstufen festgelegt werden können. Besonders um die Anzahl der zu untersuchenden Einflussgrößen und damit die Anzahl der Versuche im Versuchsplan sowie die davon abhängigen Kosten klein zu halten sind, Vorversuche unerlässlich.

Hieraus ergibt sich der Aufbau dieser Arbeit wie folgt: Zunächst wird anhand einer Literaturrecherche zu den derzeitigen Grenzen beim Ätzen tiefer Strukturen auf die begrenzenden Mechanismen beim Plasmaätzen von Strukturen mit hohem Aspektverhältnissen eingegangen (Kapitel 2). Kapitel 3 stellt als Hauptteil die Anwendung der statistischen Versuchsplanung das konkrete Problem der Entwicklung des Ätzprozesses auf der ASE-Anlage von STS dar. Im Abschnitt 3.4 werden die Vorüberlegungen zur Parameterauswahl dargelegt. Im Abschnitt 3.5 werden die Ergebnisse der Vorversuche präsentiert und in Abschnitt 3.6 die Versuche nach statistischem Versuchsplan beschrieben. Abschnitt 3.7 befasst sich mit den daraus abgeleiteten Optimierungsversuchen, die durchgeführt wurden um das Ätzprofil noch weiter zu verbessern. In Kapitel 4 sind dann alle Ergebnisse nochmals zusammengefasst und es wird ein Ausblick über die weitere Verbesserungsmöglichkeiten gegeben.

## 2 Ätzen von tiefen Strukturen in Silizium

Dieses Kapitel gibt eine kurze Übersicht über Ätzverfahren für Silizium in der Halbleitertechnik. Es fasst die Ergebnisse meiner Literaturrecherche „Grenzen beim Ätzen tiefer Strukturen in Silizium“ zusammen, die im Rahmen einer Werkstudententätigkeit bei der Infineon Technologies AG durchgeführt wurde.

Eine vollständige Beschreibung dieses Gebietes ist nicht das Ziel dieser Arbeit. Diese Arbeit orientiert sich am Verbreitungsgrad der Ätzmethoden und daran wie vielversprechend das jeweilige Verfahren für das Ätzen von Strukturen mit hohen Aspektverhältnissen (AR), d.h. Strukturen mit einem hohen Verhältnis von Strukturtiefe zu Strukturbreite, eingesetzt werden kann. Hierbei wird auch kurz auf mögliche technische und physikalische Grenzen der Verfahren eingegangen. Weiterhin ist zu beachten, dass sich ein Großteil der Literatur mit dem Ätzen von tiefen Gräben oder dreidimensionalen Strukturen befasst. Bei diesen Strukturen ist es meist aufgrund der, mit den Transportmechanismen interagierenden, Geometrie einfacher, höhere AR zu erreichen werden.

Die Ätzverfahren in der Halbleiterindustrie lassen sich grundsätzlich in nasschemische und Trockenätzverfahren einteilen. Auf die Beschreibung des „Gas Chopping“ Ätzprozesses in Abschnitt 2.2.2 wird in Kapitel 3 zurückgegriffen.

### 2.1 Nasschemisches Ätzen

Bei nasschemischen Ätzverfahren ist der Materialabtrag auf chemische Erosion mit Hilfe von Flüssigkeiten zurückzuführen, d.h. es existiert eine Phasengrenzfläche fest-flüssig [7]. Der Ätzprozess kann in drei Schritte eingeteilt werden: Transport der Reaktanten zur Oberfläche (durch Diffusion), chemische Reaktion an der Oberfläche und Entfernen der Reaktionsprodukte von der Oberfläche (durch Diffusion) [8].

Die wichtigsten Arten des nasschemischen Ätzens sind außenstromloses Ätzen, elektrochemisches Ätzen und photoelektrochemisches Ätzen.

Das außenstromlose Ätzen bildet die wichtigste Gruppe. Hierbei wird mittels Oxidationsreaktion der Halbleiter oder das Metall in eine ionische Form überführt. Der Prozess kommt allerdings schnell zum Erliegen, wenn die verbleibenden Elektronen nicht abtransportiert werden und so ein Potential ausgebildet wird, das der Bildung von Ionen entgegenwirkt. Wird das Potential durch eine externe Stromquelle abgebaut, die dann die Reaktion antreibt, liegt elektrochemisches Ätzen vor [7]. Wird zu-

sätzlich Licht mit einer Wellenlänge von unter 1100 nm vom Silizium absorbiert, liegt photochemisches Ätzen vor. Die eintreffenden Photonen generieren dann Elektronen-Loch-Paare, die zur Ätzreaktion beitragen. Auf diese Art kann das Ätzen an bestimmten Stellen beschleunigt werden und Topographien entstehen. [9].

Besonders interessant im Zusammenhang mit dem Ätzen von Löchern mit hohem AR ist das Ätzen von Makroporen. Sie haben einen Durchmesser von über 50 nm und bilden im Gegensatz zu Mikro- und Mesoporen keine schwammähnlichen Strukturen aus, sondern lassen sich mit sehr hohen AR gleichmäßig senkrecht ätzen. Es ist allerdings anzumerken, dass Makroporen bisher nur in Arrays geätzt werden können. Durchmesser und Abstand der Poren verhalten sich hierbei interdependent und sind nicht frei wählbar [9]. Versuche zeigen, dass es Möglichkeiten gibt, hierauf einzuwirken [10]. Dieses Verfahren wird jedoch im Moment nicht für das Ätzen von Through-Wafer-Via-Holes eingesetzt. Hier und bei den meisten anderen Anwendungen für die tiefe Löcher oder Gräben benötigt werden findet, das Trockenätzen Anwendung.

## **2.2 Trockenätzen**

Der Begriff Trockenätzen fasst alle Ätzverfahren zusammen, bei denen der Materialabtrag an der Grenzfläche fest-gasförmig erfolgt [7]. Es existiert eine Vielzahl unterschiedlicher Verfahren vom plasmafreien chemischen Ätzen bis hin zu Plasmaätzverfahren. Für das Ätzen tiefer Strukturen in Silizium ist besonders das Reaktive Ionenätzen (Reactive Ion Etching – RIE) von Bedeutung (siehe Abschnitt 2.2.1). In Abschnitt 2.2.2 wird das Ätzen mit „Gas Chopping“ Prozessen beschrieben. Abschnitt 2.2.3 gibt dann eine Übersicht der Faktoren, die bei diesen Verfahren limitierend beim Ätzen tiefer Strukturen wirken können. Abschließend wird Neutral Beam Etching als eine vielversprechende Alternative in Abschnitt 2.2.4 dargestellt.

### **2.2.1 Reaktives Ionenätzen**

Das Reaktive-Ionen-Ätzen (Reactive Ion Etching – RIE) stellte derzeit die klassische und damit besterprobteste Möglichkeit zum Ätzen tiefer Strukturen in Silizium dar. Hierbei wird meist ein fluor- oder chlorhaltiges Gas, wie  $\text{SF}_6$  oder  $\text{Cl}_2$ , unter Hochvakuum mit Hilfe eines starken elektrischen Wechselfeldes dissoziiert. Der Wafer wird in die Vakuumkammer eingeschleust. In den direkt darüber liegenden Gasraum wird das Ätzgas eingelassen. Durch das elektrische Wechselfeld, das senkrecht zur Waferoberfläche aufgebaut wird, wird das Plasma gezündet. Vereinfacht heißt das,

die Energie des elektrischen Feldes reicht aus, um Elektronen aus dem Atomverband zu lösen und über die relative hohe freie Weglänge im Hochvakuum zu beschleunigen. Diese Elektronen kollidieren mit weiteren Molekülen und spalten diese auf. Hierbei werden die Gasteilchen in Ionen, Elektronen und freie Radikale zerteilt. Außerdem wird Energie in Form von Photonen emittiert (das Plasma leuchtet) und es befinden sich ebenfalls angeregte Moleküle im Gasraum [7]. Das als isoliert angenommene, Substrat im Gasraum wird von Elektronen und Ionen getroffen. Doch dadurch, dass die Elektronen mit ihrer viel geringen Masse durch das elektrische Wechselfeld in einem Zyklus auf deutlich höhere Geschwindigkeiten beschleunigt werden können, treffen zunächst mehr Elektronen als Ionen dem Wafer auf. Die Ionen können auf Grund der Trägheit ihrer viel höheren Masse dem Wechselfeld nicht folgen). Deshalb lädt sich der Wafer negativ auf und das Plasma hat ein vergleichsweise positives Potential. Die überlagerte Gleichspannung zwischen Wafer und Plasma beschleunigt die positiven Ionen zur Waferoberfläche hin. Dort regen sie mit ihrer kinetischen Energie Reaktionen, wie die des Ätzprozesses, an. Andererseits stößt das negative Potential des Wafers weitere Elektronen ab. Zwischen Waferoberfläche und Plasma bildet sich der so genannte Dunkelraum aus. Dieser stellt eine Barriere für die Elektronen dar, denn diese können nur auf der Waferoberfläche einschlagen, wenn ihre kinetische Energie ausreicht, um trotz des negativen Potentials die Oberfläche zu erreichen. Der Elektronenfluss nimmt solange ab, bis er durch den positiven Ionenfluss ausbalanciert ist. [11]

Neben den Ionen tragen die freien Radikale zum Ätzabtrag bei. Diese gelangen aus der Gasphase ausschließlich über Diffusion zur Waferoberfläche. Sind sie dort angekommen, haften jedoch nicht alle Radikale auf der Oberfläche. Der so genannte Haftkoeffizient (sticking coefficient) gibt das Verhältnis von auftreffenden zu adsorbierten Teilchen an.

Neben dem klassischen RIE-Ätzen mit kapazitiv gekoppeltem Plasma (Capacitively Coupled Plasma – CCP), bei dem im Parallelplatten-Aufbau das Wechselfeld über zwei im Reaktorraum parallel angeordnete Platten eingekoppelt wird, gibt es noch eine Vielzahl von anderen Reaktoren. Beispiele sind das MERIE (Magnetic Field Enhanced Reactive Ion Etching), bei dem die Plasmadichte durch ein magnetisches Feld erhöht wird [7, 12] oder die ECR-Quelle (Elektro-Zyklotron-Resonanz Quellen), eine hochfrequente Ionenquelle, bei der Mikrowellenfrequenzen benutzt werden, um

die Resonanz mit den Elektronen des Plasmas zu ermöglichen und so hohe Leistungsdichten zu erzeugen [7, 13, 14].

Besonders interessant ist das ICP-RIE (Inductively Coupled Plasma – Reactive Ion Etching). Bei diesem Aufbau ist der Gasraum von einer Spule umwickelt, die ein elektromagnetisches Feld generiert und von einer zusätzlichen Wechselstromquelle mit einer Frequenz von typischerweise 13,56 MHz (bzw. zwischen 1 und 40 MHz) angetrieben wird [15, 16]. So kann die Zeit, die die Elektronen im Plasma verbringen, und in der sie die Dissoziation der Gasteilchen bewirken, um ein Vielfaches erhöht werden. Die Plasmadichte, und damit die Ionen- und Radikaldichte, kann über den Spulenstrom geregelt werden. Die Energie, mit der die Ionen auf den Wafer auftreffen, kann hingegen über die Quelle an den Platten separat eingestellt werden [17]. Um noch höhere AR beim Ätzen erreichen zu können, wurden Prozesse entwickelt, bei denen der Wafer stark abgekühlt wird (ICP at cryogenic temperatures) [18, 19].

### 2.2.2 „Gas Chopping“ Ätzprozesse

Im Gegensatz zum oben beschriebenen RIE-Ätzen zeichnet sich das Ätzen mit „Gas Chopping“ Prozesses dadurch aus, dass das Ätzen durch Depositionsschritte unterbrochen wird. Die Idee hierzu geht auf Tsujimoto et al. [20] zurück. Hierbei wird abwechselnd das Ätzgasgemisch, z.B.  $\text{SF}_6/\text{O}_2$ , und das Depositionsgas, z.B.  $\text{C}_4\text{F}_8$ , in die Kammer geleitet (Bild 3). Die Verweilzeit der Gase in der Kammer limitiert die Umschaltfrequenz zwischen den Gasen [16, 21]. Durchgeführt werden „Gas Chopping“ Prozesse meist in ICP-Anlagen, in der Literatur werden sie auch als DRIE (Deep RIE) [22], Advanced time-multiplexed plasma etching [23], Multi-Step RIE [24] oder Bosch-Prozesse [25-27] bezeichnet.

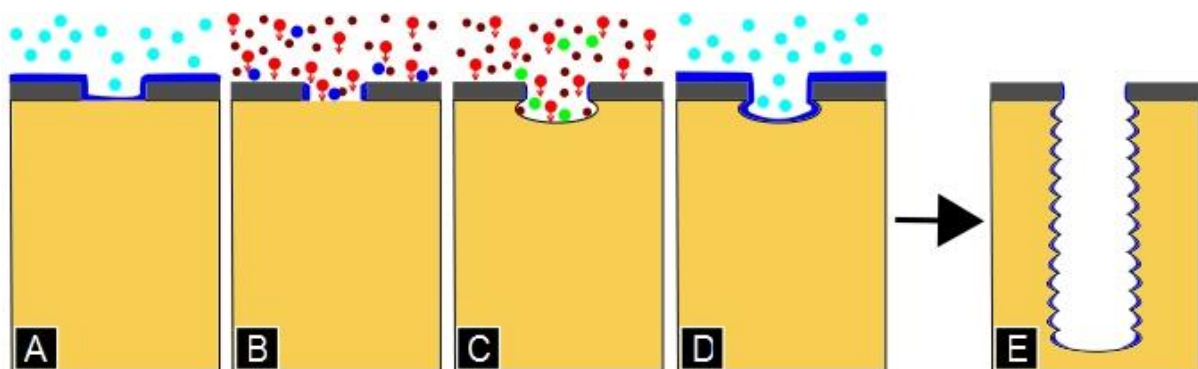


Bild 3: "Gas Chopping" Prozess. Im Depositionsschritt (A) wird mit  $\text{C}_x\text{F}_y$  (hellblau) eine Polymerschicht (blau) auf Maske (dunkelgrau) und Silizium (beige) abgeschieden. Im Ätzschritt wird zunächst mit Hilfe der Ionen (rot) die Polymerschicht entfernt (B), anschließend wird das Silizium durch die Fluor-Radikale (dunkelrot) geätzt und als  $\text{SiF}_4$  (grün) abtransportiert. Danach folgt wieder ein Depositionsschritt (D). Nach einigen Wiederholungen resultiert ein Ätzprofil wie in E abgebildet.



Bild 3 verdeutlicht den Ablauf beim „Gas Chopping“. Während der Depositionsschritte wird eine Passivierung auf der gesamten Waferoberfläche abgelagert. Hierzu werden die Moleküle des Depositionsgases in einem Plasmaprozess aufgespalten und diffundieren zur Waferoberfläche, wo sie eine Polymerschicht ausbilden. Die Dicke der Passivierung wird hauptsächlich von der Dauer des Passivierungsschrittes, dem Gasdruck und der eingekoppelten Leistung festgelegt. Außerdem haften nicht alle auftreffenden Partikel sofort auf der Oberfläche. Für  $C_xF_y$  Radikale auf Silizium oder auf Polymeren kann der Anteil mit 0.1 angenommen werden [28]. Außerdem hängt die Depositionsrate von der Ionenenergie ab, so dass ein anderer Ansatz bei konstantem Gasgemisch zwischen Ätz- und Depositionsschritt zu wechseln, im Variieren der eingekoppelten Leistung und Anregungsfrequenz besteht. [15, 16].

Während der Ätzschritte muss diese Passivierung zunächst mittels Ioneneinschlag abgesputtert werden. Da die Ionen idealerweise senkrecht vom Plasma auf den Wafer beschleunigt werden, wird hauptsächlich die Passivierung an den waagerechten Oberflächen entfernt. Wie lange das Entfernen der Passivierung dauert hängt, neben der Dicke der Passivierungsschicht, von der Anzahl und der Energie der einfallenden Ionen ab. An den freigelegten Stellen wird während der verbleibenden Zeit des Ätzschritts nach den Mechanismen des RIE-Prozesses weiter geätzt.

Typische Werte für wichtige Parameter, wie Haftkoeffizienten und Ionenfluss, Radikalfluss beim „Gas Chopping“ Ätzen stellt Tabelle 1 dar.

**Tabelle 1: Typische Werte wichtiger Parameter beim Ätzen mit „Gas Chopping“ Prozessen aus [27]**

	<b>Depositionsschritt</b>	<b>Ätzschritt</b>
F-Atom Radikalfluss		$10^{19}$ atome/(cm <sup>2</sup> /s)
CF <sub>x</sub> -Radikalfluss	$2 \cdot 10^{18}$ atome/(cm <sup>2</sup> /s)	
Ionen Fluss	0,5 mA/cm <sup>2</sup>	0,7 mA/cm <sup>2</sup>
Haftkoeffizient F auf Si	0,2	
Haftkoeffizient F auf Polymer	0,1	
Haftkoeffizient CF <sub>x</sub> auf Si	0,1	
Haftkoeffizient CF <sub>x</sub> auf Polymer	0,1	

Die Folge von Ätz- und Passivierungsschritten wird wiederholt, bis die gewünschte Ätztiefe erreicht ist. Hierbei ist es wichtig, eine gute Balance zwischen Deposition und Ätzabtrag zu finden, damit weder Seitenwanderosionen noch ein Ätzstopp durch zu hohe Deposition auftreten.

Durch die alternierende Folge von Ätz- und Depositionsschritten entsteht an den Seitenwänden der geätzten Strukturen ein Riffelmuster, die so genannten „Ripples“ (Bild 3 E). Die nach Abtrag der Passivierung verbleibende Zeit des Ätzschritts bestimmt zusammen mit der Siliziumätzrate die Größe dieser „Ripples“.

„Gas Chopping“ Prozesse wurden entwickelt, um Strukturen mit besonders hohen AR bei Zimmertemperatur mit Resistmaske ätzen zu können. Die Seitenwandpassivierung soll hierbei ein Ätzen der Seitenwände verhindern, so dass idealerweise auch in großen Tiefen die Strukturgröße auf der Maske erhalten bleibt. Neben dem höheren Aufwand ist besonders die Seitenwandrauigkeit nachteilig.

### *2.2.3 Mögliche Limitierende Faktoren beim Trockenätzen tiefer Strukturen*

Beim RIE-Ätzen sind drei Ätzmechanismen zu beachten [29-31]. Diese sind

- Physikalisches Sputtern durch Ionenbeschuss (abhängig von der Ionenwinkelverteilung (IAD) und der Ionenenergieverteilung (IED), anisotrope Komponente)
- Chemisches Ätzen durch freie Radikale (abhängig von der Reaktionswahrscheinlichkeit und deshalb vornehmlich für das Ätzen mit Fluor relevant, isotrope Komponente)
- Ionenunterstützte chemische Reaktionen durch von Ionen zugeführte Energie auf mit Reaktanten bedeckten Oberflächen

Die gesamte Ätzrate (ER) entspricht der Summe der einzelnen ER dieser drei Einzelkomponenten.

Aus Experimenten geht hervor, dass die ER unter Ionen- und Radikaleinfluss zumindest beim RIE-Ätzen um ein Vielfaches höher ist als die Summe aus a.) und b.) [29]. Daher wird c.) als entscheidender Mechanismus herausgegriffen. Hierbei wird allerdings auch auf die wichtigsten Einflussfaktoren von a.) und b.) eingegangen, wie z.B. die Ionenwinkelverteilung, die Ionenenergieverteilung und die Reaktionswahrscheinlichkeit der verschiedenen Ätzgase mit Silizium.

Hypothesen zum Mechanismus des Ionenunterstützten Ätzens finden sich bei Rangelow [18].

Ionenunterstütztes Ätzen kann durch fehlende Neutralteilchen oder durch eine zu geringe Reaktionswahrscheinlichkeit am Strukturboden limitiert sein. Mögliche Gründe und damit in Verbindung gebrachte Phänomene werden im Folgenden genannt, wobei kein Anspruch auf Vollständigkeit erhoben wird, sondern lediglich die wichtigsten Fakten aufgezeigt werden sollen.

Neben diesen beiden Faktoren kann bei geringem AR die ER auch durch die Reaktionsgeschwindigkeit nach oben begrenzt sein. Für hohe AR ist diese Begrenzung allerdings nicht relevant.

#### *Fehlende Neutralteilchen (durch Neutralteilchentransport limitierter Bereich)*

In diesem Abschnitt werden Gründe für den unzureichenden Antransport von Neutralteilchen zum Strukturboden aufgezeigt. Dabei ist zu beachten, dass Neutralteilchen beim RIE durch zwei Mechanismen transportiert werden können:

**Oberflächendiffusion:** Die Diffusion von Neutralteilchen entlang der Strukturoberfläche in die Struktur hinein ist nicht ausreichend, um einen signifikanten Beitrag zum Antransport von Radikalen zum Strukturboden zu leisten [31-33].

**Gasphasendiffusion/Knudsontransport:** Dies scheint der entscheidende Transportmechanismus zu sein [31]. Von molekularem Fluss kann in den meisten Fällen ausgegangen werden, das heißt, die freie Weglänge der Teilchen ist größer als die kritische Strukturabmessung (CD). Hierbei müssen Phänomene wie Schattenwurf und Reemission beachtet werden. Berechnungen zur Begrenzung des maximalen AR durch diesen Transportmechanismus finden sich u.a. bei Coburn & Winters [32] und Kokkorris [33].

Der Transportmechanismus ist auch der Grund, warum im Allgemeinen Neutralteilchen und nicht nur Radikale betrachtet werden. Man könnte ja zunächst annehmen, dass für den Ätzprozess ausschließlich die Radikale relevant sind. Zu den Neutralteilchen zählen aber neben den Radikalen auch Ätzprodukte, Fragmente der Passivierungsschicht und Restgase. All diese Teilchen unterliegen gleichermaßen der Diffusion und beeinflussen damit den Transportprozess der Radikale in die Struktur hinein. Auch bei der Feststellung, ob die Annahme eines molekularen Flusses überhaupt gerechtfertigt ist, muss die freie Weglänge der Teilchen betrachtet werden, die vom Gesamtdruck abhängt. Andererseits ist aber auch ein Ätzen durch ionisierte Radikale (z.B.  $F^+$ ) denkbar. Diese unterliegen allerdings, wie alle anderen Ionen, dem gerichteten Transport. Desweiteren ist die Anzahl ionisierter Teilchen, die das Plas-

ma verlassen, im Vergleich zu nicht ionisierten Ätzradikalen als eher gering einzuschätzen [16], so dass ionisierte Radikale in den meisten Betrachtungen nicht auftauchen.

Aus diesen Transportmechanismen und den Bedingungen in der Struktur ergeben sich folgende mögliche Gründe für eine ungenügende Versorgung mit Ätzradikalen:

- Grundsätzlich unzureichender Antransport von Neutralteilchen in die Struktur hinein, das heißt: Unzureichende Diffusion oder ungenügende Bereitstellung von Teilchen aus dem Plasma.
- Zu geringer Abtransport der Ätzprodukte und dadurch Hinderung der Antransports von Neutralteilchen. Diese Möglichkeit scheint laut den Betrachtungen von Coburn und Winters [32] eher unwahrscheinlich zu sein.
- Unzureichende Seitenwandpassivierung und daraus resultierendes Ätzen der Seitenwände, wodurch einerseits das AR sinkt und andererseits eine Verarmung an Ätzradikalen am Boden auftritt (Form des Microloadings) [34].

Letzteres erscheint als wichtigster Mechanismus im Zusammenhang mit den Neutralteilchen. Zur Seitenwandpassivierung stehen neben dem Absenken der Temperatur, wodurch die Reaktionswahrscheinlichkeit mit dem Silizium und die Flüchtigkeit der Gaskomponenten gesenkt wird [30], folgende Möglichkeiten zur Verfügung [35]:

- Hinzufügen eines Precursors, der sich an der Wand absetzt (deposit)
- Zusetzen einer flüchtigen Verbindung des zu ätzenden Materials (z.B.  $\text{SiF}_4$ )
- Seitenpassivierung nur durch Gasadsorption
- Einsatz eines Gases, das bei Raumtemperatur nicht ätzt (z.B.  $\text{HBr}$ )

Dabei ist das Depositionsprofil gasphasen-diffusions-limitiert [30]. Weiterhin ist zu beachten, dass auch Komponenten, die von den Seitenwänden oder der Maske gesputtert werden als Passivierung wirken können und so das Ätzprofil entscheidend beeinflussen [34].

Mit der unzureichenden Versorgung durch Neutralteilchen am Strukturboden werden unter anderem folgende Phänomene in Verbindung gebracht: Micro-/ Macroloading, Schattenwurf (shadowing) der Neutralteilchen, Micrograss, Microtrenching, RIE-lag (siehe hierzu u.a. [18, 36-38])

*Zu geringe Reaktionswahrscheinlichkeit am Strukturboden bei vorhandenen Neutralteilchen (Reaktions-limitierter Bereich)*

Neben einem Fehlen von Neutralteilchen am Strukturboden, kann auch eine zu geringe Reaktionswahrscheinlichkeit zum Ätzstopp führen. Dafür kommen folgende Gründe in Frage:

- Das Ätzgas hat eine zu geringe Reaktionswahrscheinlichkeit mit dem Substrat

Dieser Faktor ist durch die Wahl des Ätzgases festzulegen. Die Reaktionswahrscheinlichkeit für die meist verwendeten Halogene betragen bei typischen Ätzbedingungen etwa 10% für Fluor und zwischen  $10^{-5}$  und  $10^{-6}$  für Chlor und Brom (genauere Angaben finden sich bei Hirobe et al. [30] und bei Rangelow [18]). Damit führt Ätzen mit Fluor grundsätzlich erst einmal zu isotropen Ätzprofilen, während Ätzen mit Chlor oder Brom nur unter Energiezuführung (Ionenbeschuss) möglich ist und damit anisotrope Profile hervorbringt [39].

- Zu geringe Energiezuführung durch Ionenbeschuss

Folgende Gründe lassen sich für eine unzureichende Versorgung mit Ionenenergie zur Erhöhung der Reaktionswahrscheinlichkeit am Strukturboden aufführen:

Erhöhter Schattenwurf mit zunehmenden AR führt dazu, dass nur noch ein immer geringerer Ausschnitt der IAD am Strukturboden „sichtbar“ ist. Dies stellt eine der Hauptursachen für ARDE-Effekte (Aspect Ratio Dependent Etching) dar [18].

Ionen werden besonders bei konventionellen Plasmaquellen durch Kollisionen mit Neutralteilchen im Dunkelraum gestreut [40]. Das eigentliche Ziel beim Beschleunigen der Ionen sollte ein Teilchenstrom sein, der möglichst parallel zur Strukturseitenwand verläuft. Kollisionen der Ionen führen zu einer Aufweitung der IAD. Bei High-Density-Plasmaquellen ist die Weite der IAD durch das Verhältnis von Ionentemperatur zu Ionenbeschleunigung im Dunkelraum determiniert [41]. Im Zusammenhang mit Schattenwurf führt eine weite IAD zu einer starken Abnahme der Ionendichte am Boden und stellt damit einen entscheidenden Faktor dar, der sich z.B. durch eine erhöhte Ionentemperatur modellieren lässt [42-44].

Reemission bzw. Streuung der Ionen am Strukturboden und an den Seitenwänden dürfen auf keinen Fall vernachlässigt werden [31]. Sie führen zu einer gleichmäßigeren Verteilung der Ionen im Trench, begünstigen neben Seitenwandätzen aber auch das Ätzen bei hohen AR.

Die Ablenkung der Ionen durch Aufladung der Seitenwandpassivierung ist ebenfalls ein Hindernis für die Ionen auf dem Weg zum Strukturboden. Zwar kann bei Si von einer genügend hohen Leitfähigkeit ausgegangen werden, so dass Aufladungen sofort ausgeglichen werden können, die Seitenwandpassivierungen wie  $\text{SiO}_2$  oder Polymere sind jedoch meist schlecht leitend [45].

Ein weiterer oft genannter Faktor ist die Krümmung des elektrischen Feldes durch Aufladen der Maske. Dazu existieren kontroverse Aussagen, die diesen Faktor zwischen wichtig [46], eher gering bedeutsam [42] und absolut unbedeutend [41] einschätzen. Überzeugend ist besonders die Veröffentlichung von Bograt et al. [41] in der Experimente mit und ohne isolierender und leitender Maske dargestellt werden, in denen kein Effekt nachgewiesen werden konnte.

Desweiteren wird diskutiert, ob die Ablenkung der Ionen durch Krümmung des elektrischen Feldes aufgrund der OF-Topographie relevant ist. Blauw et al. [42] sehen hier eher geringe Auswirkungen.

Auch die Bildkraft der Ionen nahe der Si-Oberfläche könnte die Flugbahn der Ionen beeinflussen. Dieser Effekt scheint aber bei den betrachteten Größenverhältnissen vernachlässigbar zu sein und erst im Nanometerbereich zu Konsequenzen zu führen [42].

Einer der wichtigsten Faktoren ist die Beschleunigung der Ionen. Eine zu geringe Beschleunigung der Ionen könnte dazu führen, dass diese die Oberfläche mit zu geringer Energie erreichen. Wichtig ist hier besonders, dass die Passivierung am Grabenboden entfernt werden muss, da dies sehr wahrscheinlich eine Limitierung beim Tiefenätzen (z.B. beim Bosch-Prozess) darstellt [42, 47]. Die Ionenenergie ist durch die Plasmaquelle und Prozessparameter (Druck, Bias-Spannung und eingekoppelte Leistung) bestimmt [43, 48-50]. Zu beachten ist allerdings auch, dass bei einer hohen Ionenenergie die Selektivität zur Maske sinkt.

Natürlich ist auch die Anzahl der Ionen, die zur Energieversorgung beitragen bedeutsam. So kann eine zu geringe Ionisationsrate im Plasma, welche wiederum durch die Plasmaquelle & Prozessparameter festgelegt wird, die ER negativ beeinflussen. Hierzu ist besonders der Einsatz von High-Density-Plasma-Quellen (HDP) zu beachten.

Mit der Reaktionswahrscheinlichkeit im Zusammenhang mit Ionenanregung werden unter anderem folgende Phänomene in Verbindung gebracht: Seitenwandbeugung, Microtrenching, Notching, RIE-Lag.

*Wann ist welcher Mechanismus limitierend?*

Eine der entscheidenden Fragen ist, wann welcher der genannten Mechanismen limitierend für die ER bei hohen AR und damit als Grenze für das AR selbst wirkt. Dazu gibt es die verschiedensten Meinungen, welche ausschnittsweise in diesem Abschnitt angesprochen werden.

Die Gruppe um Blauw [42] präsentiert ein Modell für DRIE-Prozesse, das andeutet, ab welchem AR Ionen zum limitierenden Faktor der ER werden und dadurch bei einem maximalen AR zum Ätzstopp führen. In Experimenten konnten mit „Gas Chopping“ Prozessen AR bis 29 erreicht werden. Dabei zeigte sich, dass bis zu einem  $AR_{\ominus}$  die ER mit dem AR korreliert, wie das Knudsontransportmodell voraussetzt. Ab diesem  $AR_{\ominus}$  wird eine Limitation durch Ionen angenommen, die sowohl beim Ätzprozess als auch beim Depositionsprozess eine wichtige Rolle spielt. Ausgehend davon wird ein maximal erreichbares AR für gegebene Prozessparameter angenommen. Das Modell sagt allerdings nicht das maximal erreichbare AR, sondern das  $AR_{\ominus}$  voraus, ab dem Ionenschattenwurf zu beachten ist:

$$AR_{\ominus} = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{\pi \cdot E_{Bias}}{k \cdot T_l}} \quad (2.1)$$

(mit  $E_{Bias}$  = durch DC-Bias gerichtete Ionenenergie,  $k$ =Boltzmann-Konstante,  $T_l$ = laterale Ionenenergie, Ionentemperatur)

Für typische Ätzbedingungen ( $T_l = 0,5$  eV,  $E_l = 90$  eV,  $\Theta_{IAD} = 2,4^\circ$ ) liegt  $AR_{\ominus}$  bei 13.

Viele Schwachpunkte dieses Modells lassen sich aus den stark vereinfachenden Annahmen ableiten. So erscheint z.B. die Annahme willkürlich, dass alle Ionen, die mit einem Winkel größer dem durchschnittlichen Winkel den Grabenboden nicht erreichen. Wie hoch der Anteil der Ionen ist, die den Boden erreichen, müsste selbst vom AR abhängen. Insgesamt müsste bei einem Modell, das von einer Limitierung der ER durch Ionen ausgeht, auch eher die Ionenätzausbeute und die auftreffende Ionenenergie betrachtet werden. Auch wird eine Limitierung durch Neutralteilchen schon zu Anfang ausgeschlossen, da das Knudsontransportmodell bis zu einem bestimm-

ten AR bei den Experimenten gute Vorhersagen liefert. Dies ist jedoch keine Garantie, dass nicht andere Faktoren später den Neutralteilchenfluss behindern können.

Ein interessanter Vorschlag zum Herausschieben des maximalen AR wird mit der Zuführung von  $O_2$  zum  $SF_6$  gegeben, da Sauerstoff die Passivierung deutlich besser ätzt als Fluor. Dieser Faktor wird in Kapitel 3 weiter untersucht.

Das beschriebene Modell beweist weder die Existenz eines maximal erreichbaren AR (diese wird einfach vorausgesetzt), noch prognostiziert es dieses. Es möchte lediglich einen Hinweis geben, ab welchem AR es zu Ionenlimitation kommt. Die Annahmen hierfür wirken allerdings sehr stark vereinfacht und teils willkürlich.

In ihrem Artikel von 2002 [23] nehmen Blauw et al. erneut Bezug auf das oben beschriebene Modell. Sie folgern hier aus Experimenten, dass die Abnahme des Ionenstroms bei einem durchschnittlichen Ioneneinfallswinkel von  $2,2^\circ$  zu einem kritischen AR von 26 führt. Das entspricht einer Abnahme des Ionenflusses um den Faktor 3,2. Hier wurde anscheinend ein umgekehrter Schluss gezogen: Weil bei einem AR von 26 das Ätzen dieses Prozesses stagnierte, wurde angenommen, dass eine Abnahme des Ionenflusses als entsprechender Faktor zum Ätzstopp geführt hatte. Schlüssiger wäre außerdem ein Ätzstopp, der den Ionenfluss pro betrachteter Oberfläche als Limitation erwägt.

Das Modell von Arnold et al. [31] legt die oben beschriebene Aufteilung in physikalisches, chemisches und ionenangeregtes Ätzen zugrunde und die Autoren tragen Formeln für die jeweiligen Einzelätzraten zusammen.

Daraus ergibt sich eine Gesamtätzrate als Funktion von Ionenfluss, Ionenenergie, Radikalfluss und Oberflächentemperatur. Anschließend betrachten die Autoren Ionen und Neutralteilchen im Einzelnen. Hierbei werden u.a. die Annahmen getroffen, dass Knudsondiffusion vorliegt, die Ionenwinkelverteilung mit

$$\frac{dI^+(\Theta_w)}{dA} = C \cdot \exp\left(\frac{-\Theta_w^2}{2\sigma^2}\right) \quad (2.2)$$

( $I^+$  = Ionenstrom,  $\Theta_w$  = Winkel zur Waferoberfläche,  $\sigma$  = Standardabweichung der IAD) vom Gasverbrauch, Druck, Anregungsfrequenz und –energie abhängig-t, Ionenreflektionen nach Einfallswinkel in drei Bereiche eingeteilt werden können (keine Reflektion von  $0$  bis  $60^\circ$ , linearer Anstieg der Reflektion von  $60^\circ$  bis  $90^\circ$  und vollständige Reflektion) und nur bis zur zweiten Seitenwandkollision betrachtet werden müssen.



Zur Bewertung der relativen Wichtigkeit des Neutralteilchenflusses zu den Ionen wurde ein Parameter namens RTIP („Reactant Transport Importance Parameter“) eingeführt. Dieser liegt zwischen 0 (ER in Abhängigkeit vom AR verhält sich exakt proportional zum Ionenstrom) und 1 (ER exakt proportional zum Neutralteilchenstrom).

Experimentell wurde gezeigt, dass die Effekte des AR auf den Neutralteilchentransport für kleinere Reaktionswahrscheinlichkeiten (auch beim Ätzen mit Fluor) weniger betont werden, als dies z.B. von Coburn und Winters [32] vorhergesagt wurde. Der Verlauf der ER scheint beinahe linear dem Ionenfluss zu folgen. Abweichungen sind jedoch wahrscheinlich auf eine langsame Verarmung an Radikalen zurückzuführen.

Daraus lassen sich folgende Schlussfolgerungen ziehen: Unter typischen Bedingungen ist die ER am Boden tiefer Strukturen vom Ionenfluss dominiert. Der Transport von Radikalen hat einen messbaren Effekt und ist bei hohen Temperaturen, schmalen IAD, niedrigen Radikal-zu-Ionen-Verhältnissen und hohen Ionenenergien sowie Ätzsystemen mit hohen Reaktionswahrscheinlichkeiten (z.B. GaAs mit Cl) ausschlaggebend

Die Schwachpunkte des Modells lassen sich wiederum aus den getroffenen Annahmen ableiten. Das hier vorgestellte Modell gibt jedoch auf Grundlage begründeter Annahmen einen fundierten Hinweis darauf, ob es sich um einen Ionen- oder neutralteilchentransportlimitierten Prozess handelt.

Yeom et al. [51] folgern aus ihren Experimenten zu „Gas Chopping“ Prozessen, dass sich der Verlauf der ER über das AR in drei verschiedene Bereiche unterteilen lässt, welche jeweils durch unterschiedliche Faktoren limitiert zu sein scheinen. Bei AR zwischen 0 und 1 ist die ER konstant und wird durch die Reaktionsrate zwischen Gas und Oberfläche limitiert. Der AR-Bereich zwischen 1 und 25 zeichnet sich durch eine konstant fallende ER, hervorgerufen durch eine Verarmung an Fluorradikalen aus. Dieser Bereich ist nach Ansicht der Autoren also vom Knudsontransport limitiert. Ab einem AR von 25 fällt die ER drastisch. Dies entspricht einer Verjüngung der Struktur, deren Passivierung am Boden wegen verändertem Ionenfluss (Energie und Einfallswinkel [42]) nicht mehr vollständig abgetragen wird. Als Hauptmechanismen werden Verarmung an Neutralreaktanten und Ionenschattenwurf genannt. Hier wird auf Blauw et al. [23] verwiesen.

Einen anderen Ansatz verfolgen Yin und Sawin [52]. Sie betrachten die Ätzausbeute von Polysilizium in einer ICP-Strahl-Anlage mit  $\text{Cl}_2/\text{Ar}$ -Plasma, die erst linear mit der Quadratwurzel der Ionenenergie und der prozentualen Zunahme der  $\text{Cl}$ -Radikale korreliert, um dann mit dem Verhältnis von Neutralteilchen- zu Ionenstrom in Sättigung zu gehen. Dabei unterscheiden sie anhand des Kurvenverlaufs der winkelabhängigen Ätzausbeute zwischen Kurven mit „sputterartigen“ Verläufen und solchen, die sie mit Ionenanregung in Verbindung bringen. Diese beiden Mechanismen werden als konkurrierend betrachtet. Damit treffen die Autoren folgende Einteilung:

**Tabelle 2: Einteilung der winkelabhängigen Ätzausbeute nach Yin und Sawin [51]**

<b>„Sputterartige“ Kurvenverläufe (angular curves):</b>	<b>Kurvenverläufe die auf Ionenanregung hindeuten</b>
Niedriger Plasmaquellendruck und/oder niedriger effektiv reaktiver Gasprozentsatz	Hoher Plasmaquellendruck und/oder hoher effektiv reaktiver Gasprozentsatz
Niedriges Neutralteilchen-zu-Ionenfluss-Verhältnis	Hohes Neutralteilchen-zu-Ionenfluss-Verhältnis
Ätzausbeute steigt linear mit Neutralteilchen-zu-Ionenfluss-Verhältnis	Ätzausbeute steigt nur mäßig mit zunehmendem Neutralteilchen-zu-Ionenfluss-Verhältnis
Physikalisches Sputterverhalten mit einem Ausbeutemaximum bei einem Einfallswinkel zwischen 60 und 70°	Ätzausbeutekurven korrespondierend mit Ionenanregung

Cracium et al. [53] stellen hingegen ein Modell für das  $\text{SF}_6/\text{O}_2$ -Cryoätzen vor, das die ER-Abhängigkeit vom AR auf den Knudsontransport der Neutralteilchen zurückführt. Außerdem weisen sie darauf hin, dass mit zunehmender Ätzzeit auch kristallographische ER-Abhängigkeiten ansteigen. Ihr Modell zeigt allerdings die beste Übereinstimmung mit den experimentellen Ergebnissen, wenn eine Reaktionswahrscheinlichkeit von 50% angenommen wird, was sehr hoch erscheint. Ebenso sehen auch Kiihamäki und Franssila [37] die Grenze beim Ätzen tiefer Gräben in der Strömungsleitfähigkeit der Struktur in Bezug auf die Neutralteilchen.

Panda et al. [54] sehen als entscheidenden limitierenden Faktor die Seitenwandpassivierung, die sie als (alleinige) Ursache des RIE-Lags betrachten. Diese Limitierung kann einerseits auf eine unzureichende Seitenwandpassivierung [47] oder andererseits auf eine zu starke Passivierung am Strukturboden zurückgeführt werden.

Die meisten Autoren, wie z.B. auch Elwenspoek und Jansen in „Silicon Micromachining“ [16] und Zheng et al. in [43], gehen allerdings bei hohen AR von Ionenlimitierung aus.

Besonders interessant sind außerdem die Modelle zur Prognose eines maximal erreichbaren AR von Yeom et al. [55], Kokkoris et al. [33] und Ohara et al. [47].

Das neuere Modell von Yeom et al. [55] betrachtet sowohl den Neutralteilchen- als auch den Ionentransport beim Ätzen von Gräben mit Hilfe von „Gas Chopping“. Hierbei werden in einem eindimensionalen Modell die Teilprozesse Deposition (neutralteilchenflusslimitiert modelliert nach den Neutralteilchenschattenwurfmodell [56]), Siliziumätzen (neutralteilchenflusslimitiert modelliert nach Knudsontransportmodell [32]) und Polymerätzen (ionen- und neutralteilchenflusslimitiert modelliert nach einem Ionen-Neutralteilchen-Synergiemodell inklusive Redeposition [56]) unterschieden. Unter Einführung eines „Loading“-Faktors, der die zu ätzende Oberfläche im Verhältnis zur Gesamtoberfläche angibt, wird die Gesamtätzrate des jeweiligen k-ten Zyklus gemäß Formel (2.3) beschrieben.

$$ER_k^{ins} = \frac{\text{SiliziumÄtztiefe}_k}{\text{Zyklusdauer}_k} = \frac{\text{Silizium}ER_K^S}{1 + \beta} \left( 1 - \frac{\beta^k \text{Depositionsrate}_k}{\text{Polymer}ER_K^P} \right) \quad (2.3)$$

(mit  $\beta$  = Ätzzeit geteilt durch Depositionszeit = konstant)

Die Simulation beginnt mit dem Ermitteln der Anfangsbedingungen für AR kleiner 5 aus experimentell erfassten Daten und Annahmen für die Polymerdeposition (das Modell greift für diese AR noch nicht). Es folgt ein sich wiederholender Zyklus aus Anpassen des neuen AR, Kalkulation der momentanen ER, der neuen Ätztiefe und Ätzzeit und daraus folgend der Gesamt-ER. Kriterium für das ausgegebene kritische AR ist, dass die Passivierung am Boden genau während der gesamten Ätzdauer entfernt wird und somit keine weitere Ätzzeit zum Ätzen des Siliziums bleibt. Für die verwendeten typischen Ausgangsbedingungen wird ein maximales AR von 38 für Gräben vorhergesagt.

Bereits in der Publikation werden einige Schwächen des Modells, wie die fehlende Beachtung des Seitenwandprofils und die nachträgliche Anpassung von Parametern, genannt. Insgesamt kann festgestellt werden, dass das vorliegende Modell keine generelle physikalische Grenze für „Gas Chopping“ Prozesse aufzeigt, da immer nur versucht wird, ein maximales AR für gegebene Prozessparameter zu prognostizieren, wofür das Modell generell auch geeignet scheint. All diese Gegebenheiten können aber durch Variationen verändert werden. So könnte man z.B. durch eine Änderung des Verhältnisses zwischen Ätz- und Depositionszeit ( $\beta$ ) während des Ätzprozesses die prognostizierte Grenze umgehen. Entgegen der Aussage der Autoren ist durchaus zu erwarten, dass höhere Leistungen selbst bei hohen Musterdichten eine deutliche Erhöhung des erreichbaren AR bringen (was im Modell ebenfalls modellierbar wäre). Die im Moment schon erreichten AR von 107 [57], also weit oberhalb von 38, lassen auf weitere Prozessinnovationen hoffen.

Kokkoris et al. [33] präsentieren ein Modell für tiefes Ätzen von idealen Löchern und Gräben in Silizium, dass unter (zu) knapper Betrachtung des Ionenflusses ein maximal erreichbares AR zwischen 128 und 180 auf Grund von Neutralteilchenverarmung prognostiziert. Im Vordergrund der Betrachtungen steht der Neutralteilchenfluss, der als Summe aus direktem (wird vom Plasma emittiert und ist Funktion des Raumwinkels) und indirektem Fluss (wurde bereits an anderen Oberflächensegmenten reflektiert) berechnet wird. Aus diesen Betrachtungen ergeben sich Gleichungen im dreidimensionalen System, die sich mit der Annahme unendlich langer, symmetrischer Gräben bzw. zylindersymmetrischer Löcher auf lineare Integrale reduzieren lassen. Es folgt die numerische Lösung der Gleichungen zusammen mit der Bestimmung der effektiven Haftkoeffizienten in einem iterativen Verfahren, das ausgehend von einem Startwert den lokalen Fluss und ausgehend von einem Oberflächen-Modell eine Näherung für die effektiven Haftkoeffizienten berechnet. Diese werden, neben Informationen zur Struktur und zu den Teilchenströmen auf offenem Gebiet, als Eingabewerte in das System der Integralgleichungen zur Berechnung der Flüsse verwendet. Daraus resultieren die lokalen Flüsse. Eine Konvergenzprüfung entscheidet über eine weitere Iteration.

Das Modell liefert neben Beobachtungen bei niedrigen AR besonders interessante Flusskalkulationen zum Ätzen von Silizium bei hohen AR. Mit unterschiedlichen Haftkoeffizienten am Strukturboden und an der Seitenwand ist die Simulation besonders für den „Gas Chopping“ Prozesse geeignet. Es ist aber bei entsprechender Redukti-

on der Seitenwandreaktionswahrscheinlichkeit auch kein entscheidendes Hemmnis für eine Anwendung der Ergebnisse auf Cryo-Prozesse festzustellen. Die Grenze zum praktischen Ätzstopp wird bei dem AR angenommen, bei dem der Neutralteilchenfluss auf 5% des Teilchenflusses auf unstrukturiertem Gebiet abgefallen ist. Daraus ergibt sich bei mittleren Haftkoeffizienten (am Boden: 0,3 und an der Seitenwand: 0,0001) ein durch den Neutralteilchenfluss limitiertes, maximal erreichbares  $AR^*$  zwischen 128 und 180 für Gräben und zwischen 38 und 52 für Löcher. Beim Knudsontransportmodell liegen die Werte deutlich höher bei  $AR^* > 300$  bzw.  $AR^*$  zwischen 44 und 55. Es kann jedoch nicht von einem Seitenwandhaftkoeffizienten von Null ausgegangen werden.

Auch bei diesem Modell können die gemachten Annahmen angezweifelt werden. Insgesamt gibt das Modell auf Grundlage plausibler Annahmen eine realistische Abschätzung für ein durch Neutralteilchentransport limitiertes, maximal erreichbares AR bei Standarddruckverhältnissen. Eine Verbesserung ließe sich aber durch eine bessere Bestimmung der Haftkoeffizienten erzielen, da diese etwas „geraten“ wirken.

Auch ist durchaus zu erwarten und sogar relativ wahrscheinlich, dass bereits vor der hier beschriebenen Grenze eine Limitierung durch Ionen eintritt. Daneben ist der Neutralteilchenfluss immer vom Druck abhängig. Wenn sich also der einströmende Teilchenfluss bereits durch die Anhebung des Prozessdrucks deutlich erhöhen lässt, wird die angenommene 5%-Grenze hinfällig, da die absolute Anzahl von verfügbaren Teilchen pro Fläche (die Flussdichte) ausschlaggebend ist. Bei Erhöhung des Druckes ist jedoch die Verbreiterung der IAD zu beachten.

Ohara et al. [47] sehen die von Ihnen vermutete Grenze beim Tiefenätzen mit dem „Gas Chopping“ Prozess im Passivierungsfilm begründet und prognostizieren ein maximales AR zwischen 20 und 30, wobei sie sich (zu) sehr auf experimentelle Ergebnisse stützen. Laut Ihres Artikels wurde experimentell gezeigt, dass das mit Hilfe des „Gas Chopping“ Prozesses maximal erreichbare AR zwischen 20 und 30 liegt. Diese Vermutung kann durch diese Literaturrecherche widerlegt werden (siehe Tabelle 3). Die Autoren nehmen an, dass die Begründung in der Ätzpassivierung zu finden ist und dadurch hervorgerufen wird, dass die Passivierung speziell an den oberen Seitenwänden nicht ausreicht, um ein Aufweiten zu verhindern, gleichzeitig aber am Strukturboden zu einer stark verlangsamten ER führt. Die Sättigung, bei der die Aufweitung der ER am Boden auftritt, sehen sie im oben genannten Bereich. An diesem Punkt setzten Ohara et al. an und führen eine zweite Passivierungsschicht

ein, die aus 2 nm SiO<sub>2</sub>, hergestellt durch O<sub>2</sub>-Plasma-Einstrahlung, besteht. Diese Schicht ist durch die Diffusionslänge des Sauerstoffs ins Silizium limitiert, braucht ca. 2 Minuten bis zur Sättigung, hält dem Ätzprozess an den Seitenwänden ca. 10 Minuten stand (wobei sie während eines Zykluses vermutlich nicht aufgelöst wird) und wird von der konventionellen Polymerschicht des „Gas Chopping“ Prozesses überlagert. Mit diesem „Dual Protection Layer“-Prozess wurden Gräben mit AR von 46 (konventioneller Vergleichsprozess AR = 23) mit sehr gutem Profil erreicht.

Obwohl die Annahme, dass das AR beim Tiefenätzen mit dem „Gas Chopping“ Prozess durch die Passivierungsschicht begrenzt ist, theoretisch nicht untermauert wurde, gibt der entwickelte Prozess mit einer verbesserten Passivierung den Autoren Recht. Allerdings haben sie leider in keiner Weise Faktoren, wie Ionenenergie und Neutralteilchendichte am Strukturboden betrachtet, die sich sehr stark auf die ER am Boden auswirken. Das ist umso bedauerlicher, da die beschriebenen Grenzen z.B. durch einen gerichteteren Ionenstrom beim Ätzen der Passivierung überwunden oder zumindest herausgeschoben werden könnten.

#### *Persönliche Einschätzung*

Insgesamt ist zu beobachten, dass viele Autoren von vornherein von einem maximal erreichbaren AR ausgehen. In den beschriebenen Modellen werden aber immer nur Grenzen für gegebene Prozesse und deren Parameter prognostiziert. Eine generell anwendbare physikalische Grenze, die sich nicht mit Prozessinnovationen umgehen ließe, konnte nicht aufgezeigt werden.

Denkbar ist allerdings eine Grenze, bei der sowohl Ionen- als auch Neutralteilchenlimitation (bei maximalem Druck/Neutralteilchendichte und maximaler Ionenenergie, falls solche Bedingungen existieren) auftritt. Bei solchen Bedingungen würden Prozessoptimierungen keine Wirkung mehr zeigen. Eine andere Möglichkeit wäre aber, dass ab bestimmten AR positive Synergien zwischen den beiden Teilchengruppen auftreten, die die ER aufrechterhalten.

Die ER eines Prozesses bestimmt sich aus einer Kombination aus neutralteilchen- und ionenassoziierten Faktoren. Hierbei erscheint die Einteilung von Yeom et al. [51] in drei verschiedene Ätzbereiche schlüssig.

Bei den gegebenen Prozessen scheint die Limitierung des maximal erreichbaren AR in einer Reaktionslimitierung dahingehend zu bestehen, dass die Passivierung am Strukturboden durch den Ionenbeschuss nicht mehr aufgehoben werden kann (be-

sonders „Gas Chopping“ Prozess [42], aber auch andere Ätzarten mit Passivierung, z.B. Cryo-Prozesse). Die Verarmung an energiereichen Ionen ist durch eine zu breite IAD begründet, da eine starke Erhöhung der Ionenbeschleunigung wegen zunehmender Maskenerosion meist unpraktikabel ist. Gründe für eine breite IAD finden sich vor allem in den Kollisionen der Ionen mit Neutralteilchen im Dunkelraum bzw. bei HDP im Presheath [42], was zu einer Aufweitung der IAD führt. Mit zunehmenden AR und dadurch bedingten verstärktem Schattenwurf erreichen immer weniger Ionen den Boden. Weiterer Faktoren könnten die Aufladung der Seitenwandpassivierung und die Feldkrümmungen sein, die in der Oberflächenstruktur begründet ist. Hierauf deuten auch die Ergebnisse zum Neutralteilchenstrahlätzen (NBE) hin (siehe Abschnitt 2.2.4). Beide Faktoren führen zu einer Ablenkung der in der Struktur befindlichen Ionen in Richtung Seitenwand. Ohne Auswirkung erachte ich jedoch die Aufladung der Ätzmaske. Experimente [41] haben schlüssig gezeigt, dass hier kein großer Einfluss bestehen kann. Auch die Bildkraft wird erst im Nanometerbereich relevant.

Leider war kein schlüssiges Modell zu finden, in dem eine quantitative Prognose zur Ionenlimitierung getroffen wurde. Die prognostizierte Limitierung durch den Antransport von Neutralteilchen (siehe z.B. [33]) liegt meiner Meinung nach bei den meisten Prozessen hinter der Einschränkung durch die Ionen.

Eventuell ließe sich aber die Limitierung durch zu geringen Antransport von Energie durch Ionen nicht nur durch energiereichere Ionen oder schmalere IAD herauschieben, sondern auch durch eine andere Passivierung, die über den gesamten Prozess oder erst nach Erreichen eines hohen AR angewendet wird.

### **Schlussfolgerung**

Es konnte in keiner Veröffentlichung sicher nachgewiesen werden, dass es eine absolute Grenze für das Tiefenätzen mit Hilfe des RIE gibt, noch weniger wo diese liegt. Viele Effekte führen zu Veränderungen der ER mit zunehmendem AR. Auch wie sich diese Effekte einzeln und zusammen genau auswirken bzw. in größeren Tiefen noch auswirken werden, ist nicht bekannt. Deshalb ist ein Überwinden der bisher angenommenen maximalen AR wahrscheinlich. Die Möglichkeit einer physikalischen Grenze ist aber dennoch gegeben. Aber höchst wahrscheinlich wurde diese Grenze bisher noch nicht erreicht.

### 2.2.4 Neutralteilchenstrahl-Ätzen

Ein jüngeres und sehr vielversprechendes Verfahren, das auch zum Bereich Trockenätzen gezählt wird, ist das Ätzen mit beschleunigten Neutralteilchen (Neutral-Beam-Etching – NBE). Hierbei werden die Neutralteilchen (Radikale) so beschleunigt, dass sie selbst die entsprechende kinetische Aktivierungsenergie zum anisotropen Ätzen mitbringen oder es werden nur Fluoratome verwendet, die von sich aus eine relativ hohe Reaktionswahrscheinlichkeit haben.

Es gibt derzeit zwei Möglichkeiten die Neutralteilchenstrahlen zu erzeugen: Thermische Dissoziation mit Beschleunigung durch Druckgefälle und Neutralisation von beschleunigten Ionen.

Die erste Möglichkeit nach Larson et al. [58] besteht darin, ein Gasgemisch, z.B. aus 5% F<sub>2</sub> und 95% He, unter hohem Druck zu erhitzen und das Fluor thermisch zu dissoziieren. Die heißen Fluor- und Heliumatome werden dann aus dem Hochdruck heraus über ein aufgeheiztes Ventil auf eine Blende beschleunigt. Von hier aus gelangt der sehr parallele Teilchenstrahl auf das Ziel. Die kinetische Energie der Teilchen bei diesem Verfahren liegt im Bereich von 1 eV und die Fluorintensität beträgt ca.  $10^{-18} \text{cm}^{-2} \text{s}^{-1}$ .

Die zweite Art von Neutralteilchenquelle ist die konventionelle Erzeugung von Ionen in einem Plasma und anschließende Neutralisation. Samukawa et al. [59] beschreiben dabei die Neutralisation von sowohl positiven als auch negativen Ionen aus High-Density-Plasmen (ECR oder ICP) oder Direct-Current-Plasmen. Besonders geeignet scheinen jedoch negative Ionen, da sich diese mit einer Effizienz von nahezu 100% (im Vergleich zu 60% bei positiven Ionen) neutralisieren und bei Verwendung paralleler Kohlenstoffplatten auch mit kleineren kinetischen Energien (ca. 10 eV im Vergleich zu 100 eV) erzeugen lassen. Dabei treten nur geringe Oberflächenschäden auf. Ätzradikale sind Fluor- und Chlor-Atome, die aus SF<sub>6</sub>, Cl<sub>2</sub> und F<sub>2</sub> gewonnen werden.

#### *Vorteile und mögliche Grenzen des NBE*

Die Vorteile vom Ätzen mit Neutralteilchenstrahlen sind offensichtlich:

Es ist keine gerichtete Aktivierungsenergie durch Ionen notwendig und es tritt keine Aufladung an z.B. Masken oder Seitenwandpassivierungen auf, die Schaden anrichten könnte. Beide Faktoren führen dazu, dass keine bedenkliche Aufweitung der IAD



auftritt (diese erübrigt sich). Die Aufweitung der IAD ist nach gängiger Meinung die Hauptursache von ARDE-Effekten (Abnahmen der ER bei höheren AR). Desweiteren ist keine Ablenkung der Teilchen durch Feldkrümmungen durch die Topographie zu befürchten und auch eine mögliche Diffusionslimitierung durch den Antransport von Radikalen wird vermieden, da diese jetzt gerichtet eingestrahlt werden. Außerdem macht die Tatsache, dass Neutralteilchenstrahlen keine geladenen Partikel oder hochenergetische Photonen enthalten. Dies ermöglicht die Anwendung von leicht beschädigbaren Masken, wie z.B. Biomolekülen, die ebenfalls wegweisend für die Herstellung zukünftiger Nanostrukturen sein könnten.

Limitierungen könnten sich allerdings durch die Gasphaseninteraktionen den am Strukturboden reflektierten Radikalen mit den eingestrahlten Neutralteilchen ergeben [58]. Bisher wurden diese Effekte allerdings noch nicht beobachtet. Dagegen sprechen auch Hinweise auf ein inverses Ätz-Lag, dass zumindest bis zu einem bestimmten AR die ER mit der Ätzzeit erhöht und durch die in der Struktur reflektierten Radikale hervorgerufen wird [60]. Ein großer Nachteil des NBE besteht allerdings derzeit in der geringen ER von nur ca. 200 nm/min bei einer thermischen Quelle bzw. 5 nm/min bei einer Ionenquelle. Dieser Umstand begrenzt derzeit die wirtschaftliche Anwendung auf Nanostrukturen. Hier sind noch Verbesserungen notwendig. Ein weiteres Hindernis ist akut, dass man Neutralteilchenstrahlen nicht auf beliebig große Flächen parallel ausrichten kann. Derzeit ist es nur möglich kleine Flächen auf einmal zu bestrahlen, was viele Rasterschritte notwendig macht und die Wirtschaftlichkeit weiter absenkt. Auch hier sind noch weitere Verbesserungen notwendig.

#### *Bisherige Ergebnisse und Einschätzung des Verfahrens*

Die Veröffentlichungen zum NBE zeigen, dass besonders mit der erst genannten Neutralteilchenstrahl-Quelle tiefe, gleichmäßige Gräben mit hohen AR erreicht werden können. Lason et al. [58] berichten von extrem anisotropen Gräben mit AR von 120. Als mögliche erreichbare Grenze für ihren Versuchsaufbau sehen sie als grobe Abschätzung ein AR von 250. Diese Grenze könnte durch eine Verbesserung der Neutralteilchenstromquelle ausgeweitet werden. Entscheidend für das Ätzen anisotroper Strukturen ist hier ein hochparalleler Neutralteilchenstrahl. Für das Ätzen mit einem Neutralteilchenstrahl aus neutralisierten Ionen konnten in der Literatur keine Ergebnisse mit besonders hohen AR gefunden werden.

Insgesamt ist besonders im Hinblick auf die bereits erreichten Ergebnisse, im NBE eine der zukunftsweisenden Technologien mit hohem Potential zu sehen. Speziell im

Nanometerbereich sind hier große Erfolge zu erwarten. Der größte Vorteil besteht darin, dass bisher begrenzende Faktoren (wie die zu breite IAD) umgangen werden.

Eine andere Frage war, ob aus den Ergebnissen des NBE Rückschlüsse auf das Ätzen mit reaktiven Ionen möglich sind. Da Neutralteilchenstrahlen nur aus Neutralteilchen bestehen, kommen ionenbedingte Komplikationen praktisch nicht vor. So werden alle Probleme mit Ladungseffekten umgangen. Die Ergebnisse von geätzten Strukturen mit AR von 120 [58], die ohne besondere Optimierung erreicht wurden, geben Hinweise darauf, wie stark sich diese Ladungseffekte beim RIE auswirken. Trotz umfangreicher Optimierungsarbeit wurden hiermit bisher „nur“ AR von 107 [57] erreicht. Damit wird die Annahme bestätigt, dass RIE-Tiefenätzen in den derzeitigen Bereichen eher durch Ionen- bzw. Aktivierungsenergiemangel hervorgerufen wird und nicht durch Neutralteilchenverarmung. Andererseits ist der Transport von Neutralteilchen beim NBE anderer Natur als beim RIE. Hier werden die Radikale gerichtet eingestrahlt und gelangen nicht nur mit Hilfe von Diffusion zum Strukturboden. Deshalb wirken beim NBE auch die Limitierungen der Diffusion nicht. Dadurch, dass Energie und Ätzreaktanten zusammen eingestrahlt werden und somit auch nicht einzeln beeinflussbar sind, wird es schwer, einzelne begrenzende Effekte zu untersuchen und Rückschlüsse auf das RIE zu ziehen.

Zum NBE finden sich besonders in den Literaturquellen [58, 60] und [59] viele Informationen.

### **2.3 Übersicht erreichter Aspektverhältnisse**

Tabelle 3 zeigt eine Übersicht der aktuellen Literatur zum Ätzen tiefer Strukturen in Silizium. Sie enthält für verschiedene Ätztechnologien die theoretisch durch Modelle vermuteten, prognostizierten und erreichten maximalen AR. Dabei ist zu beachten, ob diese AR beim Ätzen von Löchern (holes), Gräben (Trenches) oder dreidimensionalen Strukturen erreicht wurden, weil dies einen gravierenden Einfluss auf die einfallenden Teilchen in der Struktur und damit auf die ER hat [37]. Gekennzeichnet wird die Geometrie durch die Abkürzungen hinter der Angabe des AR. Desweiteren ist zu beachten, dass nicht alle Modelle unter allen Bedingungen konsistent sind. Außerdem werden in der Tabelle die kleinste Abmessung (critical Dimension – CD) und die durchschnittliche Ätzrate ( $\emptyset$  ER) der jeweiligen Struktur angegeben.

**Tabelle 3: Übersicht maximaler Aspektverhältnisse beim Ätzen tiefer Strukturen in Silizium.**  
 [3D] = dreidimensionale Strukturen, [T] = Gräben (Trenches), [H] = Löcher (Holes)

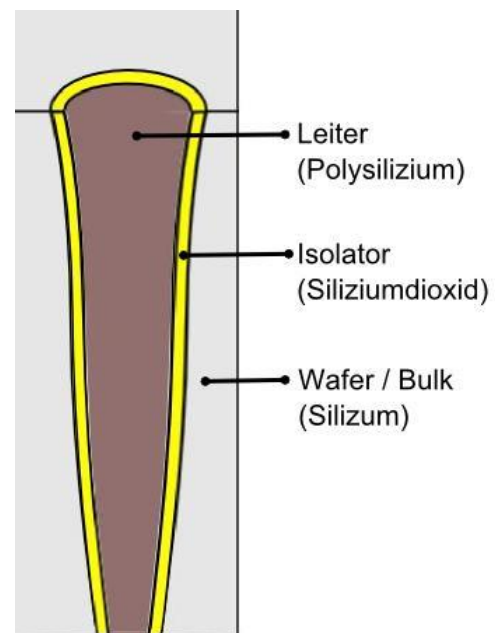
Ätzverfahren		Literatur Quelle	AR - Grenzen			CD	Ø ER
			Theor.	vermutet	prakt.		
Trockenätzen							
CCP							
	traditional RIE (CC)	[19]		up to 10			<1 um/min
	MERIE / Cyclotron	[12]	20 [T]		9 [T]	0.135 um	?
	ECR	[13]			19 [T]	1.5 um	0.143 um/min
ICP-RIE							
	ICP at cryogenetic temperatures	[19]			30[T]	2 um	3.8 um/min
		[19]			32[T]	1.5 um	3.5 um/min
					6.3 [H]	15 um	9.5 um/min
		[61]			25 [T]	2 um	4.5 um/min
		[53]			32 [T]	1 - 20 um	3.2 um/min
	ICP at non-cryogenetic temperatures	[62]			20 [H]	0.35 um	1.3 um/min
		[63]			46 / 33 [T]	1.4 / 0.25 um	0.09 um/min
	cryogenic helicon reactor	[61]			35 (T/H)	1 x 2 um	up to 5 um/min
„Gas Chopping“							
	two step process	[55]	[55]				
		[22]			50 [3D]	4.5 um	
		[57]			107 [T]	0.374 um	< 1um/min
		[51]	[51]		~ 28 [T]	3-100 um	~ 1 um/min
	Triple pulse process (DRIE)	[13]			46 [T]	1.1 um	0.72 um/min
	MS RIE (with mask replenishment) CCP Quelle	[24]			100 [3D]	~ 1um	bis 18 kA°/min
	DRM reactor (HBr/NF3/O2) (Dipole rotating magnet)	[64, 65]			~50 [T]	340 nm	? (1.6 um für t=0)
neutral beam etching (NBE)							
	high pressure chamber	[58]		250 [T]	120 [T]	1 um	1 um/min
	ICP (pulsed RF) + C-plates	[59]			6,7 (3D)	7 nm	
allgemeine Grenzen durch Neutralteilchenlimitierten Fluss:		[32]	>300 [T];				
		[33]	88-200[H] 125-180 [T] 38-52 [H]				
Nassätzen							
	Makroporen	[10]			60 (H)	0.1 nm	
	Außenstromloses Ätzen	[66]			6.8 [T]	0.23 um	0.78 um/min
	Photoelektrochemisches Ätzen	[67]		> 50	32,6 (H)	1,35 um	0,24 um/min
	Elektrochemisches Ätzen	[68]			7,7 (3D)	55 nm	~0.4 um/min

### 3 Statistische Versuchsplanung zur Entwicklung eines Through-Wafer Via Hole Ätzprozesses

Im diesem Kapitel wird dargestellt, wie die Methode der statistischen Versuchsplanung zur Entwicklung eines „Gas Chopping“ Ätzprozesses (siehe Kapitel 2.2.2) zum Ätzen von Through-Wafer-Via-Holes eingesetzt werden kann.

Wie bereits in Kapitel 1 erklärt, handelt es sich bei Through-Wafer-Via-Holes um Löcher, die durch einen Wafer bzw. Chip hindurch geätzt werden, um eine leitende Verbindungen herstellen zu können. Für das Ätzen der Löcher durch den Wafer können verschiedene Techniken, wie Nassätzen [2] und Laserbohren (laserdrilling) [69] eingesetzt werden. Besonders Plasmaätzen hat sich jedoch als geeignete Methode für das Ätzen von Löchern mit AR bis 17 [3].

Nachdem entsprechende Löcher vorhanden sind, werden diese zuerst mit einer isolierenden Schicht ausgekleidet, um sie elektrisch vom Rest der Strukturen zu isolieren. Anschließend wird das Loch mit einem leitenden Medium aufgefüllt, so dass eine Struktur wie in Bild 4 entsteht. Im vorliegenden Beispiel sollen die Löcher dazu verwendet werden, um durch einen 300 µm Silizium-Wafer hindurch zu kontaktieren. Hierzu wird das Loch nach dem Ätzprozess mit Siliziumoxid isoliert und mit Polysilizium aufge-



**Bild 4: Querschnitt Through-Wafer-Via-Hole**

füllt. Auf diese Weise können mehrere Chips übereinander angeordnet werden und ein Kontakt durch die Silizium-Chips wird geschaffen.

Bei der Gestaltung der Masken und damit der Vias ist ein Kompromiss zwischen Größe und Layout des restlichen Chips zu finden. Dabei lassen sich Löcher für größere Vias leichter ätzen und die Verbindung weist einen geringeren elektrischen Widerstand auf. Gleichzeitig nehmen sie aber mehr Platz in Anspruch. Das ideale Loch für Vias mit minimalen elektrischen Verlusten weist glatte und perfekt senkrechte Sei-

tenwände auf. Allerdings führen Phänomene wie Bowing, Micromasking/Silizium-Gras-Bildung, Faceting, Charging usw. [18, 36, 38] zu Abweichungen vom Idealprofil.

Grundsätzlich wird bei der statistischen Versuchsplanung, wie mit jeder Art von Versuchsplanung beabsichtigt, mit gezielten Variationen von Eingaben (Einflussfaktoren) und Auswertung der Reaktion eines Systems Rückschlüsse auf das Systems selbst zu ziehen. Die Ergebnisse können, z.B. in Form von Modellen, zur Optimierung des Systems eingesetzt werden.

„Die statistische Versuchsplanung umfasst die Planung und Auswertung von Versuchen nach statistischen Methoden. Ziel ist es, die gesuchten Informationen mit minimalem Versuchsaufwand zu ermitteln.“ [70]

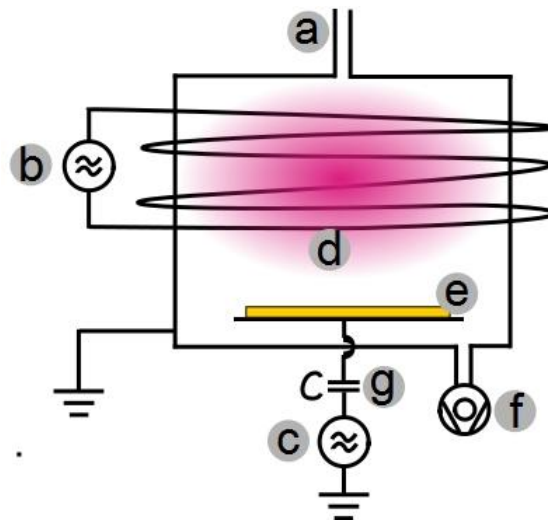
Die Vorteile der statistischen Versuchsplanung lassen sich besonders gut im Vergleich zur, im wissenschaftlichen Bereich stark verbreiteten, Ein-Faktor-Methode aufzeigen. Bei dieser Methode wird ausgehend von einem Grundzustand jeweils ein Faktor variiert. So können allerdings nur Rückschlüsse auf die Einzelauswirkungen der Faktoren gezogen werden (Bild 2 A). Die Untersuchung von Wechselwirkungen, das heißt Auswirkungen auf die Beobachtungsgröße bei der Variation mehrerer Faktoren, ist nicht möglich. Gleichzeitig müssen zum Erreichen statistisch sicherer Ergebnisse eine relativ große Anzahl an Versuchen pro Versuchspunkt durchgeführt werden.

Bei der statistischen Versuchsplanung wird ein Versuchsplan aufgestellt, bei dem pro Versuch mehr als ein Faktor variiert wird (Bild 2 B). Hierdurch können auch die Wechselwirkungen erfasst werden und eine Aussage über den gesamten Parameterraum getroffen werden. Gleichzeitig wird jedes Versuchsergebnis mehrfach in die Berechnung der Auswirkungen einbezogen.

Für die statistische Versuchsplanung wurden in der vorliegenden Arbeit die Bücher von Linß [70], Kleppmann [71] und Scheffler [72] verwendet.

### **3.1 Ätzanlage und Material**

Für die vorliegende Arbeit stand eine ICP-Plasmaätzmaschine für „Gas Chopping“ Prozesse vom Typ Advanced Silicon Etcher (ASE) des Herstellers STS (Surface Technology Systems) zur Verfügung. Bild 5 zeigt ein Schema der Kammer, die nach den in Abschnitt 2.2.1 und 2.2.2 beschriebenen Prinzipien funktioniert.



**Bild 5: Aufbau ICP-RIE-Kammer.** Das Gas strömt in die Kammer (a) und wird von der, über die Spule eingekoppelten, ICP-Leistung (b) und der RF-Leistung (c) angeregt. So wird das Plasma (d) gezündet. Die Teilchen schlagen auf den Wafer (e) ein. Die effektive Saugleistung der Vakuumpumpe kann über die Drosselklappe eingestellt werden (f). Die RF-Leistung beeinflusst die Ionenbeschleunigung auf den Wafer und wird über einen Kondensator eingekoppelt, der das Abfließen des Gleichspannungsanteils verhindert. ICP- und RF-Leistung werden über Impedanzanpassungsnetzwerke eingekoppelt.

Für den Ätzprozess wurden die Gase Schwefelhexafluorid ( $\text{SF}_6$ ), Sauerstoff ( $\text{O}_2$ ) und Octafluorocyclobutan ( $\text{C}_4\text{F}_8$ ) verwendet. Über ein Impedanzanpassungsnetzwerk wird die ICP-Leistung in die Spule geleitet. Auch die RF-Leistung wird über ein Impedanzanpassungsnetzwerk sowie einen Abblockkondensator auf den Table geleitet. Dieser Kondensator verhindert das Abfließen des Gleichanteils der Table-Spannung. Der Wafer wird aus einer separaten, vorevakuierten Schleuse mittels Roboterarm in die Kammer transportiert, wo eine Lippendichtung die Waferrückseite von den Prozessgasen trennt. Der Wafer wird mit einer Helium-Rückseitenkühlung gekühlt. Hierbei wird Helium in den Spalt zwischen Waferrückseite und Table geleitet. Das Gas stellt so den thermischen Kontakt zum wassergekühlten Table her. Während der Experimente wurde die Wafertemperatur mit einem Pyrometer gemessen. Hierbei ist zu beachten, dass sich bei der Messung die Infrarotemission des Wafers mit der Photoemission des Plasmas überlagert und das Pyrometer nur auf den Photoresist, nicht aber auf das Silizium kalibriert ist. Absolute Temperaturmessungen sind deshalb nicht möglich. Temperaturveränderungen können jedoch zuverlässig erfasst werden.

Die relativ alte Maschine aus dem Jahre 1998 stellt besondere Herausforderungen an die Prozessentwicklung, da sie im Vergleich zu neueren Maschinen nur über begrenzte Leistungsmerkmale verfügt.

Für die Versuche standen Vier-Zoll P-Silizium-Wafer mit <100>-Orientierung (Bohrdotiert mit einem Widerstand von 10-20 Ohm/cm und einer Dicke von 525 +/-20 µm) zur Verfügung.

Zur Maskierung wurden auf eine 1,8 µm dicke Oxidschicht (nassoxidiert) 9 µm AZ 9260-Fotolack aufgetragen. Der Fotolack wurde mit AZ Developer 1:1 entwickelt und anschließend wurde das Oxid circa 35 Minuten in Flusssäure geätzt. Die Maske wurde für den späteren Einsatz als Komplet-Chip entworfen und enthält neben den Justierungsmarken ausschließlich Löcher mit 30 µm Durchmesser, die über den gesamten Wafer verteilt sind und insgesamt etwa 1% der Waferoberfläche ausmachen. Nach den Oxidätzen war jedoch bereits eine Aufweitung der Löcher auf ca. 35 µm Durchmesser festzustellen.

### **3.2 Anwendung der Methode der statistischen Versuchsplanung auf das Problem der Entwicklung eines Ätzprozesses zum Ätzen von Through-Wafer-Via-Holes**

Die Versuche wurden nach der Methode der statistischen Versuchsplanung systematisch durchgeführt. Sie ist nicht nur besonders erfolversprechend im Hinblick auf die Optimierung des Ätzprozesses bei einer begrenzten Anzahl an Versuchswafern, sondern bietet auch noch die Möglichkeit nach Durchführung der Versuche ein empirisches Modell der Anlage für beliebig viele Zielmerkmale in Abhängigkeit der untersuchten Parameter zu erhalten. Ein solches Modell kann auch für die Verbesserung von Ätzprozessen anderer Anwendungen verwendet werden. Ziel des Modelles ist es, die Auswirkungen von Parameteränderungen, die direkt von Benutzer vorgenommen werden können, aufzuzeigen und so eine gezielte Beeinflussung des Ätzprofils anhand konkreter Einstellungsänderungen zu ermöglichen. Im Gegensatz dazu beschreiben bestehende Modelle allgemein (d.h. nicht auf eine bestimmte Anlage bezogen) die Auswirkungen von Änderungen bestimmter Parameter, die sich meist aus einer Vielzahl anderer Parameter ergeben, auf die der Benutzer keinen direkten Einfluss hat. So existieren z.B. Modelle, die Ätzprofile in Abhängigkeit von Plasmaparametern wie Neutralteilchendichte, Ionendichte, Ionenenergie usw. prognostizieren (siehe Abschnitt 2.2.3). Diese Parameter sind aber selbst Funktion anderer Parameter wie Gasfluss, Druck, eingekoppelter Energie usw. Eine gezielte Beeinflussung des Ätzergebnisses mit den zur Verfügung stehenden Einstellmöglichkeiten ist so nur sehr schwer möglich und wiederum mit Experimenten verbunden.

### 3.3 Festlegen der Zielgrößen

Optimiert werden sollte der Ätzprozess auf eine möglichst glatte Seitenwand, Gleichmäßigkeit über den Wafer hinweg und ein hohes AR hin, wobei die wichtigste Bedingung, dass der Wafer mit dem Prozess durchgeätzt werden kann, entscheidend ist. Bei den Versuchen nach statistischem Versuchsplan musste allerdings nicht komplett durch den Wafer geätzt werden. Wichtiger war hingegen, dass die Versuche vergleichbar blieben (was nicht der Fall ist, wenn einige den Wafer durchätzen und andere nicht) und dass abgeschätzt werden konnte, welche Parameterkombination das beste Ergebnis erzielt. Hierfür mussten möglichst messbare Zielgrößen festgelegt werden, nach denen die Auswertung erfolgen konnte. Da die Anzahl der Zielgrößen keinen Einfluss auf die Anzahl der Versuche des statistischen Versuchsplanes, wohl aber auf die auszuwählenden Einflussfaktoren hat, mussten zumindest die wichtigsten Zielgrößen vor den zu untersuchenden Einflussfaktoren festgelegt werden. Folgende Zielgrößen wurden erfasst:

- Ätztiefe in Silizium – gemessen ab der oberen Kante des Siliziums.
- Gesamtätztiefe – Waferdicke abzüglich Strecke zwischen Boden des Loches und Wafer Unterseite. Diese Größe ist wichtig, falls bei einem Experiment die vollständige Maskierung abgetragen wird.
- Größter Durchmesser des Loches – Durchmesser des Loches an der Stelle der größten Aufweitung.
- Resist- und Siliziumoxidabtrag – zur Bestimmung der Selektivität des Prozesses.
- Aspektverhältnis – berechnet aus Ätztiefe im Silizium, geteilt durch den größten Durchmesser des Loches (siehe Formel (3.1)).
- Uniformität – berechnet aus der Differenz der durchschnittlichen Gesamtätztiefe in der Wafermitte und am Rand, geteilt durch den Gesamtdurchschnitt (Formel (3.4), d.h. negative Uniformitäten bedeuten eine erhöhte Ätztiefe am Rand, positive auf höhere Ätztiefen in der Mitte, optimal wäre eine Uniformität von Null).
- Maximal erreichte Temperatur während des Ätzprozesses – Da die Temperatur ein wichtiger Störfaktor sein kann, ist es interessant zu erfahren, wie sie von den Einflussgrößen beeinflusst wird.



Die oben beschriebenen Zielgrößen lassen sich zwar direkt als Zahlenwert ablesen, beschreiben jedoch nicht vollständig das Profil. Um jedoch die Abweichung des erzielten vom gewünschten Profil auswerten zu können, sind in der statistischen Versuchsplanung Zahlenwerte notwendig. Als zweckmäßigste Quantifizierung erscheint die Bewertung der nachfolgenden Zielgrößen auf jeweils geeigneten Skalen nach dem Notenprinzip, auch wenn hierbei eine gewisse Unsicherheit durch die subjektive Bewertung unvermeidbar ist:

- Bowing – vergeben wurden Noten zwischen -3, entspricht einer großen Beugung der Seitenwände nach innen, und +3, entspricht einer großen Beugung der Seitenwände nach außen.
- Passivierung – vergeben wurden Noten zwischen -3 und +3, wobei negative Noten für unzureichende und positive Werte für zu ausgeprägte Passivierung stehen.
- Passivierung an der Lochoberseite – Noten zwischen 1 und 3 bewerten diesen Aspekt separat, da hier es hier oft an ausreichender Passivierung mangelte.
- Bodenprofil – vergeben wurden Noten zwischen 1 (Vergrößerung des Lochdurchmessers zum Boden hin), 2 (gleichbleibender Lochdurchmesser) und 3 (spitz zulaufendes Loch).
- Gesamteindruck – hierbei wurde der subjektive Gesamteindruck, den das Loch beim Betrachter hinterlässt, mit einem Schulnotensystem mit Werten zwischen 1 und 6 bewertet.

### **3.4 Parameter- und Versuchsplanauswahl**

Um vergleichbare Versuche durchführen zu können und daraus ein empirisches Modell zu erstellen, muss sichergestellt sein, dass alle nicht zu untersuchenden Parameter möglichst konstant gehalten werden. Ein besonders wichtiger Faktor ist hierbei, dass Wafer derselben Qualität und möglichst derselben Charge verwendet werden. Für die Versuche nach statistischem Versuchsplan und die anschließenden Optimierungsversuche stand insgesamt ein Los mit 25 Vier-Zoll P-Silizium-Wafern mit <100>-Orientierung zur Verfügung. Das heißt, es konnte ein Versuchsplan mit 16 Versuchen durchgeführt werden und es blieben noch weitere neun Wafer für die Optimierungsversuche übrig.

Mit einem Versuchsplan mit 16 Einzelversuchen gab es die Möglichkeit, entweder in einem vollständigen Versuchsplan vier Faktoren zu untersuchen, in einem reduzierten  $2^{(5-1)}$  Versuchsplan fünf Faktoren zu untersuchen, wobei Wechselwirkungen zweiter Ordnung untereinander nicht vermischt werden oder in einem reduzierten  $2^{6-2}$  oder  $2^{7-3}$  Versuchsplan sechs oder sieben Faktoren mit sehr großer Vermengung zu untersuchen. Welcher dieser Versuchspläne am besten geeignet ist, hängt von den zu untersuchenden Parametern und deren vermuteten Wechselwirkungen ab. Diese werden nachfolgend erläutert.

Im nächsten Schritt musste festgelegt werden, welche Einflussfaktoren für die Entwicklung des Ätzprozesses für Through-Wafer-Via-Holes im vorliegenden Fall am bedeutendsten sind. Hierbei kamen Parameter aus den Bereichen Gas und Druck, Zeit und Energie in Frage, wobei alle an der vorhandenen Maschine einstellbar sein sollten. Tabelle 4 bietet eine Übersicht dieser Parameter, in der auch dargestellt wird wie Parameter-Erhöhungen sich theoretisch auf den Prozess auswirken. Außerdem zeigt sie wichtige Störfaktoren, deren Einfluss es zu Minimieren gilt.

**Tabelle 4: Einflussfaktoren**

Bereich	Einflussfaktor	Auswirkung
Gas und Druck		
	SF <sub>6</sub> -Gasfluss [sccm]	Wirkt sich stark auf die Siliziumätzrate aus, da SF <sub>6</sub> Fluor-Quelle ist.
	C <sub>4</sub> F <sub>8</sub> -Gasfluss [sccm]	Wirkt sich stark auf die Passivierungsrate aus, da aus diesem Gas die Seitenwandpassivierung gebildet wird.  Wirkt sich ebenfalls auf die ER aus, da von dem Si-Ätzen die Passivierung abgetragen werden muss.
	O <sub>2</sub> -Gasfluss [sccm oder % vom SF <sub>6</sub> -Gasfluss)	Wirkt sich über die Passivierung auf den Seitenwandwinkel aus und kann die Ionisationsrate beeinflussen, mindert die Selektivität zur Maske.
	Drosselklappenstellung [%]	Bestimmt die effektive Pumpleistung und mit den Gasflüssen den Gesamtdruck sowie die Verweilzeit der Spezies in der Kammer. Über den Transport der Passivierungs- und Ätzgase sowie der Ätzprodukte beeinflusst sie das Profil.
Zeit		
	Ätzzeit [s]	Bestimmt, wie lange der Ätzschritt andauert und wirkt sich so z.B. auf die ER aus.
	Passivierungszeit [s]	Bestimmt, wie lange der Passivierungsschritt andauert und wirkt sich so z.B. auf die Passivierung aus.
	Zeitverhältnis zwischen Ätz- und Depositionszeit	Ergibt sich aus Ätz- und Depositionszeit, bestimmt z.B. Seitenwanderosion, Ätzabtrag und Depositionsschichtdicke.
	Gesamtzykluszeit	Die Summe aus Ätz- und Depositionszeit, beeinflusst stark die Größe der sogenannten „Ripples“.
Energie		
	ICP-Leistung [W]	Beeinflusst die Zersetzung der Gase in der Kammer und damit die Plasmadichte.
	RF-Leistung	Beeinflusst die Ionenbeschleunigung auf die Waferoberfläche.
Störfaktoren		
	Aufheizen der Waferoberfläche [K]	Wird unter anderem durch den Heliumdruck der Rückseitenkühlung, aber auch durch Ionenenergien und Teilchendichten beeinflusst.
	Verunreinigung des Reaktors	Ablagerungen an den Reaktorwänden von vorhergehenden Ätzprozessen können sich auf das Ätzergebnis auswirken.

Diese von außen einstellbaren Einflussfaktoren beeinflussen über den Plasmaprozess das Ätzergebnis. Wichtige Parameter des Plasmaprozesses sind vor allem das Verhältnis von Ionen zu Inhibitoren, das Verhältnis von Ionen zu Neutralteilchen, die Ionenenergie, die Ionenwinkelverteilung (IAD), die Gesamtzahl der Ionen und Neutralteilchen.

Das Verhältnis von Ionen zu Inhibitoren bestimmt, wie lange es - relativ zur Depositionszeit – dauert, die abgelagerte Passivierungsschicht an den waagerechten Flächen des Wafers wieder abzutragen. Wie in Abschnitt 2.2.2 beschrieben, muss die im Depositionsschritt abgelagerte Passivierung im Ätzschritt zunächst durch Sputtern abgetragen werden, bevor der eigentliche Siliziumätzschritt beginnt. Je länger dieser Vorgang dauert, desto länger muss der gesamte Ätzschritt gewählt werden um noch genügend Silizium zu ätzen. Dieser Abtrag bestimmt zudem in großem Maße die Anisotropie des Ätzprozesses. Die Ionen sollten idealerweise senkrecht einfallen. Der reale Einfall der Ionen wird aber durch die IAD beschrieben.

Beim Siliziumätzen ist das Verhältnis von Ionen zu Neutralteilchen besonders wichtig. Dieser Schritt entspricht physikalisch dem konventionellen ICP-RIE-Ätzen. Hierbei wirken die drei Ätzmechanismen: Physikalisches Sputtern durch Ionenbeschuss, chemisches Ätzen durch freie Radikale und ionenunterstützte chemische Reaktionen. Die ER ergibt sich aus der Summe der Einzelätzraten der Mechanismen, wobei der letzte Mechanismus, das ionenunterstützte chemische Ätzen, zumindest beim RIE-Ätzen den größten Beitrag liefert [29, 30]. Die Ionen stellen hierbei hauptsächlich die Aktivierungsenergie für den chemischen Prozess und für den Übergang der Ätzprodukte in die Gasphase (den Abtransport) bereit. Eine ausreichende Anzahl von Radikalen ist jedoch erforderlich, um eine möglichst vollständige Bedeckung der offenliegenden Siliziumoberfläche zu erreichen. Dies ist wichtig, da zum Ätzen eines Silizium-Atoms vier Fluor-Atome vorhanden sein müssen, denn  $\text{SiF}_4$  macht bei weitem den größten Anteil der Ätzprodukte aus [49].

Die Energie, mit der die Ionen das Plasma verlassen und auf die Waferoberfläche einschlagen muss erstens ausreichen, um die Passivierungsschicht aus dem Depositionsschritt wegzusputtern und zweitens, mit der bereits vorhandenen thermischen Energie, die Energie zur Aktivierung der Ätzreaktion zur Verfügung stellen. Allerdings übertragen die Ionen beim Aufschlag nicht ihre gesamte Energie auf die Oberfläche. Die übertragene Energie ist abhängig vom Aufschlagwinkel. Besonders bei Struktu-

ren mit hohen AR wurde ein großer Teil der am Strukturboden auftreffenden Ionen vorher von den Seitenwänden reflektiert [31].

Die IAD gibt, an in welchen Winkelbereichen die Ionen vom Plasma auf die Waferoberfläche auftreffen. Wie bereits gesagt, sollten zur Realisierung eines möglichst ideal-anisotropen Prozesses alle Ionen so senkrecht wie möglich auf den Wafer beschleunigt werden, um nur die waagerecht liegenden Flächen von der Passivierung zu befreien und danach ihre Energie dort abzugeben. Außerdem ist besonders bei hohen AR die Ionenwinkelverteilung entscheidend, da nur sehr senkrecht einfallende Ionen direkt den Boden der Struktur erreichen können.

Ein anderer wichtiger Faktor ist die absolute Anzahl der vorhandenen Ionen. Je mehr Ionen vorhanden sind, desto schneller geht der Ätzprozess von statten, denn desto mehr Leistung wird bei konstanter Ionenenergie auf den Wafer übertragen. Ebenso ist absolute Anzahl der Ätzradikale und der Inhibitoren eine wichtige Größe, da eine möglichst vollständige Bedeckung der Oberfläche notwendig ist. Typische Werte für RIE-Prozesse mit  $\text{SF}_6/\text{O}_2$ -Plasma gibt Tabelle 5 wieder.

**Tabelle 5: Typische Werte für RIE-Prozesse mit  $\text{SF}_6/\text{O}_2$ -Plasma [15]**

Leistungsdichte	$10^4$ - $10^5 \text{ W/m}^3$
Neutralteilchendichte	$4 \cdot 10^{-4}$ bis $10^{-2} \text{ mol/m}^3$
Radikaldichte	$10^{-6}$ bis $10^{-5} \text{ mol/m}^3$
Ionendichte	$10^{-9}$ bis $10^{-8} \text{ mol/m}^3$
Elektronendichte	$10^{-9}$ bis $10^{-8} \text{ mol/m}^3$
Neutralteilchenenergie	ca. 0,08 eV
Radikalenergie	ca. 2,05 eV
Ionenenergie	ca. 15,05 eV
Elektronenenergie	3 bis 30 eV

Die in Tabelle 4 aufgeführten Einflussfaktoren wirken auf die Bedingungen im Plasma wie fortfolgend beschrieben:

Der  $\text{SF}_6$ -Gasfluss bestimmt entscheidend die Anzahl der vorhandenen Ionen und Ätz-Radikale und damit die ER, da  $\text{SF}_6$  hierfür die Ausgangsmoleküle bereitstellt. Auch der  $\text{O}_2$ -Gasfluss hat hierauf eine Wirkung, da  $\text{O}_2$ -Beimischung zu einem  $\text{SF}_6$ -

Plasma die Konzentration der Fluoratome beeinflusst [16]. Aus diesem Grund kann es sinnvoll sein, die Sauerstoffbeimischung in % des  $\text{SF}_6$ -Flusses anzugeben. Beim RIE-Ätzen von Silizium mit  $\text{CF}_4$  ist außerdem zu beobachten, dass die ER bei  $\text{O}_2$ -Zugabe zunächst zwar steigt, ab einem bestimmten Prozentsatz aber wieder abfällt [11]. Bei  $\text{SF}_6$ -Plasmen tritt ein ähnlicher Effekt auf, der darauf zurückzuführen ist, dass sich ab einer bestimmten  $\text{O}_2$ -Zugabe eine Passivierungsschicht aus  $\text{Si}_x\text{O}_x\text{F}_z$  bildet [16]. Adam et al. [24] berichten bei ihrer Untersuchung von „Gas Chopping“ Prozessen allerdings von einer von Anfang an sinkenden ER bei der Hinzugabe von Sauerstoff. Blauw et al. [42] postulieren mit der  $\text{O}_2$ -Zugabe einen beschleunigten Passivierungsabtrag. Nachteilig am Ätzen unter  $\text{O}_2$ -Zugabe ist, dass eine vermehrte Erosion der Maske zu beobachten ist, da diese durch das  $\text{O}_2$  verascht wird [24].

Der  $\text{C}_4\text{F}_8$ -Gasfluss bestimmt die Anzahl der vorhandenen Inhibitoren und laut Blauw et al. [42] verhält sich die Depositionsrate proportional zu ihm. Zusammen beeinflussen die Gasflüsse so auch die Ionen-Neutralteilchen- und Ionen-Inhibitoren-Verhältnisse. Die Drosselklappe stellt bei der verwendeten Maschine eine Barriere zwischen Vakuumpumpe und Kammer dar. Durch ihre Stellung wird das effektive Saugvermögen der Pumpe am Kammerflansch eingestellt. Zusammen mit den einfließenden Gasmengen bestimmt sie den Druck in der Kammer. Der Druck ist eine entscheidende Größe beim Ätzprozess, da er maßgeblich alle Teilchendichten und -energien im Plasma beeinflusst, besonders die Ionenenergie. Die im Plasma generierten Ionen werden im Idealfall senkrecht auf den Wafer beschleunigt. In CCP-Anlagen kollidieren sie mit hoher Wahrscheinlichkeit auf dem Weg zum Wafer mit anderen Teilchen, weil die mittlere freie Weglänge kleiner oder etwa gleich der Dunkelraumdicke ist [43, 73]. Dies lenkt sie von ihrer Bahn ab und beeinflusst ihre Winkelverteilung. Die Wahrscheinlichkeit, mit der ein Ion mit einem anderen Teilchen kollidiert, wird von der Anzahl der Teilchen im Raum, also folglich dem Druck, festgelegt. In ICP-Quellen liegen meist kollisionsfreie Dunkelräume vor [43]. Allerdings wirkt sich auch hier der Druck über die thermische Energie auf die Ionenwinkelverteilung aus [43], wie in Abschnitt 3.6.5 genauer erläutert wird. Die Verweilzeit der Teilchen in der Kammer ist ebenso von der Drosselklappenstellung determiniert. Sie beschreibt, wie lange ein Gasmolekül im Mittel in der Kammer bleibt. Das ist u.a. wichtig für den Abtransport der Ätzprodukte und limitiert beim Umschalten zwischen Ätz- und Depositionsschritt die minimale Umschaltzeit.

Da  $\text{SF}_6$  offensichtlich entscheidend für den Ätzprozess ist, wurde dieser Einflussfaktor als zu untersuchender Parameter ausgewählt. Um aber die genauen Stufen festzulegen, mussten Vorversuche durchgeführt werden (siehe Abschnitt 3.5). Auch der Einfluss der  $\text{O}_2$ -Menge scheint entscheidend, aber nicht vollständig abschätzbar zu sein. Deshalb wurde auch dieser Faktor ausgewählt. In Vorversuchen sollten sinnvolle Stufeneinstellungen gefunden werden (siehe Abschnitt 3.5). Der  $\text{C}_4\text{F}_8$ -Gasfluss wurde im Gegenzug konstant gehalten. Die Effekte der Dicke der Passivierung können auch mit zeitlichen Parametern erforscht werden. Die Drosselklappenstellung als Haupteinfluss auf den Druck wurde als Einflussfaktor herausgesucht. Aus zwei bereits bestehenden Ätzrezepten der Anlage konnten außerdem sinnvolle Werte für die zwei Faktorstufen gewonnen werden. Diese wurden mit 70% und 82% Drosselklappenstellung festgelegt, wobei 100% einer vollständig geschlossenen Drosselklappe entspricht.

Zeitparameter sind vor allem die Dauer des Ätzschrittes (Ätzzeit) und die Dauer des Depositionsschrittes (Depositionszeit). Beide müssen gut aufeinander abgestimmt sein. Die Dicke der Passivierung steigt mit der Depositionszeit und muss so groß sein, dass während der gesamten Ätzzeit möglichst keine Seitenwanderosion auftritt. Ist die Depositionszeit zu lang gewählt, kann andererseits die Passivierung am Strukturboden nicht mehr in einer akzeptablen Zeit abgetragen werden oder es kommt gar zum Ätzstopp. In der Ätzzeit muss folglich zunächst die Passivierung weg gesputtert werden, bevor das eigentliche Siliziumätzen beginnen kann. Hieraus ergibt sich, dass das Verhältnis von Ätz- zu Depositionszeit ein wichtiger Faktor ist. Die Gesamtzykluszeit bildet die Summe aus Ätz- und Depositionszeit und hat großen Einfluss auf die Größe der „Ripples“ in der Seitenwand. Um möglichst wenig Parameter verwenden zu müssen wurde als Zeitparameter das Verhältnis von Ätz- zu Depositionszeit ausgewählt. Für die Festlegung der Stufen wurden Vorversuche durchgeführt (siehe Abschnitt 3.5). Zusammen mit der Gesamtzykluszeit sind auch Ätz- und Depositionszeit selbst definiert. Die Gesamtzykluszeit wurde hingegen konstant gehalten. Sie wirkt sich vornehmlich auf die Größe der „Ripples“ aus und diese Auswirkung ist relativ gut abschätzbar. Als Gesamtzykluszeit wurden 30 s angesetzt. Dies entspricht den Werten eines Standardrezeptes dieser Maschine.

Der Energieparameter ICP-Leistung determiniert die Dissoziation der Spezies im Gasraum, die so genannte Plasmadichte. Durch ihn kann eingestellt werden, wie viele Radikale und Ionen zur Verfügung stehen. Die RF-Leistung dient zum Einstellen

der Bias-Spannung. Die Bias-Spannung und Plasmapotential beschleunigen die Ionen vom Plasma auf den Wafer. Die Bias-Spannung ist somit ein Maß für die Ionenenergie. Die Ionenenergie hat, wie oben beschrieben, Auswirkungen auf den Passivierungs- und Maskenabtrag, sowie auf den Siliziumätzprozess. Allerdings hängt die Bias-Spannung nicht nur von der RF-Leistung ab. Sie variiert auch mit den vorhandenen Gasen, da die Spannung das Ergebnis der, durch Elektronen und Ionen auf den Wafer übertragenen, Ladungen ist (siehe Abschnitt 2.2.1). Beide Leistungsparameter wurden in Vorversuchen (siehe Abschnitt 3.5) zunächst näher untersucht.

Neben den schwer zu beeinflussenden Störfaktoren der Umgebung und Schwankungen im Lithographie-Prozess sind Störfaktoren, die sich maßgeblich auf den Prozess auswirken, vor allem die Wafertemperatur und die Verunreinigung der Kammer. Die Depositionen an der Kammerwand sollten auf vergleichbarem Niveau bleiben, damit Schwankungen die Bedingungen im Plasma nicht verändern. Um diese Störfaktor so klein wie möglich zu halten, können Reinigungsprozesse durchgeführt werden. In unserem Fall wurde entschieden, vor jedem Versuch einen 10 minütigen Sauerstoffreinigungsprozess durchzuführen. Die Wafertemperatur wirkt sich sowohl auf die Deposition als auch auf das Ätzen aus. Ablagerungen an den Strukturwänden finden vermehrt bei niedrigen Temperaturen statt. Andererseits steigt die Geschwindigkeit der Ätzreaktion mit der Temperatur. Beide Mechanismen führen zu einem vermehrt isotropen Ätzverhalten mit Seitenwanderosionen bei höheren Temperaturen. Der Wafer wird besonders durch die Energie der auftreffenden Ionen aufgeheizt und hängt somit von der Ionenenergie und der Ionenflussdichte ab. Dieser Erhitzung wirkt die Helium-Rückseitenkühlung entgegen, bei der Helium an die Rückseite des Wafers geleitet wird, um die Wärmeleitung zum auf 20°C gekühlten Table herzustellen. Hierdurch kann jedoch nicht beliebig viel Leistung abgeleitet werden.

### **3.5 Vorversuche**

Die in diesem Abschnitt beschriebenen Vorversuche dienen dazu herauszufinden, welche Einflussparameter sinnvollerweise in den statistischen Versuchsplan aufgenommen werden sollten und welche Stufen einzustellen sind.

Hierzu wurden zwölf Vorversuche mit einer Prozesszeit von je 30 Minuten durchgeführt. Hierbei wurde der Temperaturverlauf des Wafers mit einem Pyrometer aufgezeichnet. Außerdem konnten die Werte der Bias-Spannung und der resultierende Kammerdruck direkt abgelesen werden. Um die Materialkosten so gering wie möglich

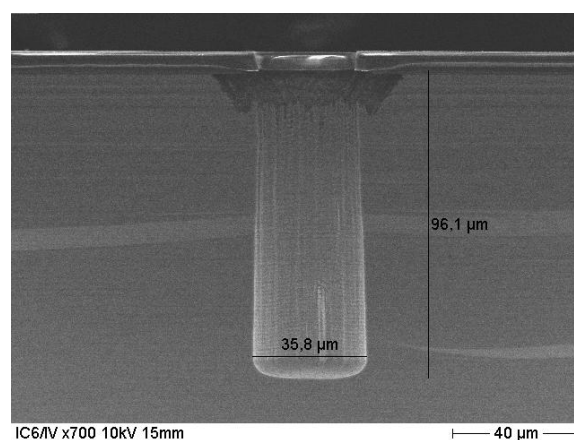


zu halten, wurden vier Versuche auf einem Siliziumwafer durchgeführt, wobei eine speziell zugeschnittene Aluminiumfolie  $\frac{3}{4}$  des Wafers abdeckte. Die hierdurch resultierenden Ungenauigkeiten wiegen die eingesparten Kosten um ein Vielfaches auf, zumal es sich bei diesen Versuchen ausschließlich um Entscheidungshilfen für den eigentlichen Versuchsplan handelte. Bei der Interpretation ist deshalb Vorsicht geboten. Nach vier Vorversuchen wurden die Wafer gespalten und die Löcher mit dem Sekundärelektronenmikroskop (SEM) abgebildet.

Für alle Vorversuche wurde von einem auf dieser Maschine benutzten Standardätzprozess ausgegangen. Tabelle 6 zeigt die Einstellungen dieses Standardprozesses. Bild 6 zeigt eine Sekundärelektronenmikroskop-Aufnahme eines Loches, das mit diesem Rezept geätzt wurde.

**Tabelle 6: Ausgangseinstellung der Anlage bei den Vorversuchen**

Parameter	Ätzschritt	Depositionsschritt
SF <sub>6</sub>	130 sccm	0 sccm
O <sub>2</sub>	13 sccm	0 sccm
C <sub>4</sub> F <sub>8</sub>	0 sccm	85 sccm
RF-Leistung	18 W	0 W
ICP-Leistung	600 W	600 W
Dauer	19,5 s	10,5 s



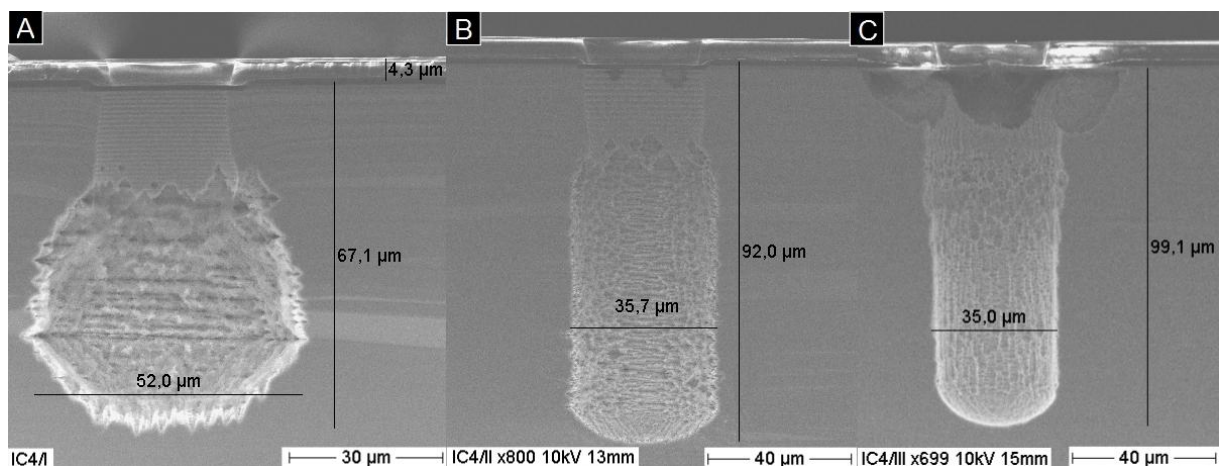
**Bild 6: SEM-Aufnahme Ausgangsversuch der Vorversuche**

In den Vorversuchen 1 bis 3 wurden die SF<sub>6</sub>-Gasflüsse variiert, um herauszufinden, welche Stufen für den Versuchsplan geeignet sind, wobei der relative O<sub>2</sub>-Anteil kon-

stant bei 10% gehalten wurde. Hierbei ist es wichtig, das zwischen den beiden Stufen bei der wichtigsten Zielfunktion, der Ätztiefe, monotonen Verhalten angenommen werden kann und die Aufweitung des Loches nicht zu groß wird. Tabelle 7 fasst die Ergebnisse der ersten drei Vorversuche zusammen. Alle nicht angegebenen Parameter wurden wie im Standardrezept (siehe Tabelle 6) beibehalten.

**Tabelle 7: Versuchsergebnisse SF<sub>6</sub>-Variation - Vorversuche 1-3**

Parameter	Ausgangsversuch	Vorversuch 1	Vorversuch 2	Vorversuch 3
SF <sub>6</sub>	130 sccm	40 sccm	200 sccm	300 sccm
O <sub>2</sub>	13 sccm	4 sccm	20 sccm	30 sccm
Bias-Spannung (Ätzen)	105 V	85 V	141 V	94 V
Ätztiefe	96,1 µm	67,1 µm	92 µm	99 µm
Max. Durchmesser	35,7 µm	52 µm	35,7 µm	35 µm
Verbleibende Maskenhöhe	6,3 µm	5,12 µm	6,8 µm	6,7 µm
Selektivität zur Maske	36	17	42	43



**Bild 7: SEM-Aufnahmen SF<sub>6</sub>-Variation - Vorversuche 1-3. A: SF<sub>6</sub>-Fluss von 40 sccm; B: SF<sub>6</sub>-Fluss von 200 sccm; C: SF<sub>6</sub>-Fluss von 300 sccm.**

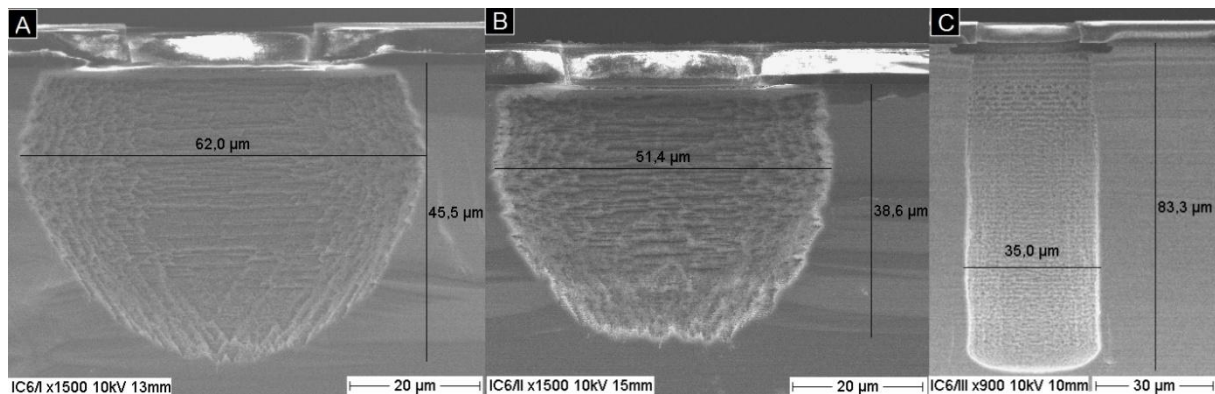
Vorversuch 1 und 2 zeigen am oberen Teil des Loches noch die charakteristische „Ripple“-Struktur, die auf eine intakte Passivierung hindeutet (Bild 7 A und B). Bei Vorversuch 1 ist im unteren Teil die Passivierung jedoch so weit weggebrochen, dass sich eine eher kugelförmige Struktur ausbildet. Hier wurden weder eine zufriedenstellende Tiefe noch das gewünschte Profil erreicht. Der Unterschied in der erreichten

Ätztiefe zwischen dem Vorversuch mit 200 und mit 300 sccm  $\text{SF}_6$  ist marginal (Bild 7 B und C), allerdings zeigen sich bereits bei 200 sccm  $\text{SF}_6$  geringe, aber unerwünschte Passivierungseinbrüche (Bild 7 B). Aus diesem Grund ist wahrscheinlich eine obere Stufe von etwas unter 200 sccm eine gute Wahl. Als untere Stufe für den Einflussfaktor  $\text{SF}_6$ -Gasfluss wurden 130 sccm (wie in der ursprünglichen Einstellung) und für die obere Stufe 180 sccm (etwas unter 200 sccm) ausgewählt.

Die Vorversuche 4-6 befassen sich mit der Variation der  $\text{O}_2$ -Menge auch relativ zur  $\text{SF}_6$ -Menge. Ausgangspunkt war auch hier der Ausgangsversuch (Bild 6, Tabelle 6). Tabelle 8 gibt die Parametervariationen der Versuche wieder und Bild 8 stellt die Ergebnisse der  $\text{O}_2$ -Vorversuche dar.

**Tabelle 8: Parametervariation  $\text{O}_2$ -Versuche - Vorversuche 4-6**

Parameter	Ausgangsversuch	Vorversuch 4	Vorversuch 5	Vorversuch 6
$\text{SF}_6$	130 sccm	130 sccm	100 sccm	100 sccm
$\text{O}_2$	13 sccm	100 sccm	100 sccm	13 sccm
$\text{O}_2/\text{SF}_6$ -Verhältnis	10 %	77 %	100 %	13 %



**Bild 8: SEM-Aufnahmen  $\text{O}_2$ -Variation - Vorversuche 4-6. A:  $\text{O}_2$ -Fluss von 100 sccm bei  $\text{SF}_6$ -Fluss von 130; B:  $\text{O}_2$ -Fluss von 100 sccm bei  $\text{SF}_6$ -Fluss von 100; C:  $\text{O}_2$ -Fluss von 13 sccm bei  $\text{SF}_6$ -Fluss von 100 sccm.**

Wie Bild 8 A und B zeigen führt eine Erhöhung des  $\text{O}_2$ -Gasflusses über 100 % zu einem isotropen Ätzverhalten. Der Depositionsschritt scheint, zumindest in der Standardeinstellung, das laterale Ätzen nicht zu hemmen. Auch das AR des Loches von Vorversuch 6 (Bild 8 C) ist kleiner als bei der Ausgangseinstellung (Bild 6) und ebenso hat die vertikale ER abgenommen. Es ist denkbar, dass der Sauerstoff vermehrt die Polymerschicht ätzt [24, 42]. Außerdem bewirkt ein großer Sauerstoffanteil eine

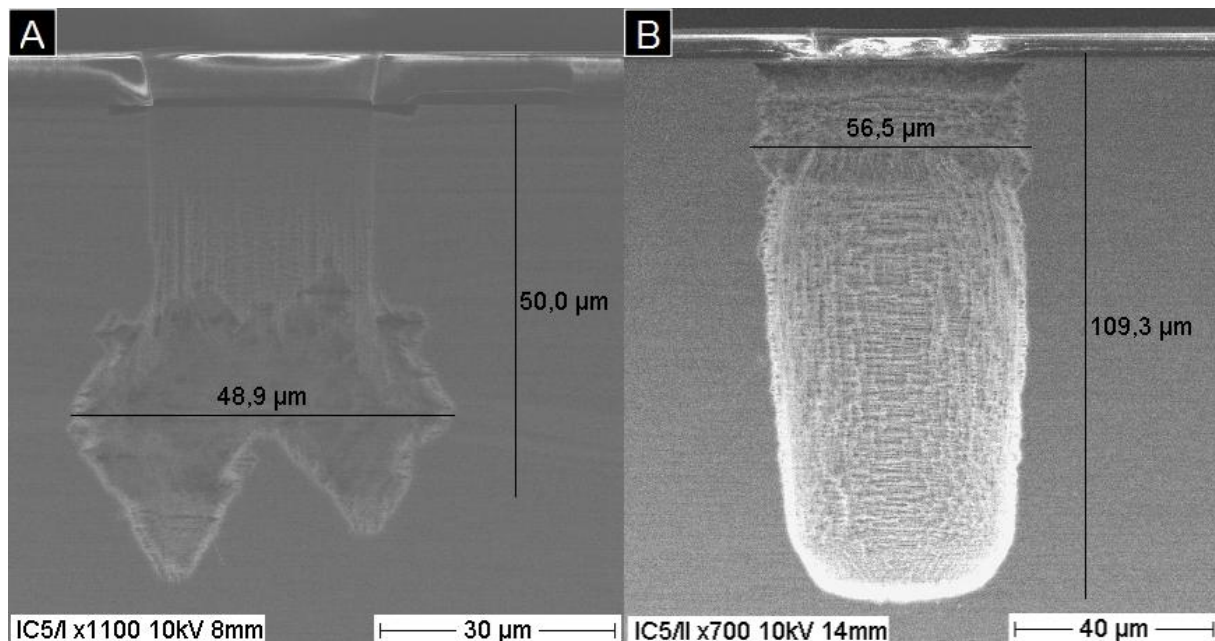
vermehrte Bildung von Fluorradikalen im Plasma [16]. Diese ätzen dann isotrop das freigelegte Silizium. Da ein  $O_2$ -zu  $SF_6$ -Verhältnis von größer 10% nicht sinnvoll erscheint, aber der  $O_2$ -Anteil einen Einfluss auf das Ätzprofil hat, der weiter untersucht werden sollte, wird als obere Stufe 10% und als untere Stufe 0%  $O_2$ -Anteil festgelegt.

In Vorversuch 7 sollte Näheres über die Auswirkung einer höheren ICP-Leistung herausgefunden werden. Nach Rauf et al. [27] wird mit höherer ICP-Leistung eine höhere ER erwartet. Im Versuch wurde sowohl im Ätz- als auch im Depositionsschritt die ICP-Power auf 1000 W eingestellt. Hierbei erreichte der Wafer aber laut Pyrometer schon nach 20 Minuten eine Temperatur von 130 °C. Durch die hohe Leistungseinkopplung wird der Wafer schon in kurzer Zeit übermäßig erwärmt. Solche Temperaturen wirken sowohl auf den Photolack als auch auf die Depositionsschicht am oberen Ende des Loches erodierend und machen eine Versuchsdurchführung unter reproduzierbaren Bedingungen unmöglich. Deshalb wurde die ICP-Power für die folgenden Experimente auf 600 W festgelegt.

In Vorversuch 8 und 9 wurde ausgehend vom Rezept des Ausgangsversuches (Tabelle 6) die RF-Leistung während des Ätzschrittes auf 5 bzw. 30 W variiert, um diesen Parameter zu untersuchen. Tabelle 9 fasst für diese Versuche die wichtigsten Ergebnisse zusammen und Bild 9 zeigt das Versuchsergebnis als SEM-Bild.

**Tabelle 9: Versuchsergebnisse RF-Power-Variation - Vorversuche 8 und 9**

Parameter	Ausgangsversuch	Vorversuch 8	Vorversuch 9
RF-Leistung (Ätzen)	18 W	5 W	30 W
Bias-Spannung (Ätzen)	105 V	44 V	171 V
Äztiefe	96,1 µm	50 µm	109 µm
Maximaler Durchmesser	35,7 µm	48,9	56,5 µm
Verbleibende Maskenhöhe	6,3 µm	8,03 µm	5,17 µm



**Bild 9: SEM-Aufnahmen RF-Power-Variation - Vorversuche 8 und 9. A: RF-Leistung von 5 W; B: RF-Leistung von 30 W**

Die Bias-Spannung ist ein Maß für die Ionenbeschleunigung in Richtung Waferoberfläche [74]. Gleichzeitig wirkt sie sich auf die IAD der einfallenden Ionen aus [42]. Bild 9 A zeigt deutlich, dass im oberen Bereich des Loches noch anisotropes Ätzen zu beobachten ist, im unteren Teil jedoch stark lateral und kaum vertikal geätzt wurde. Eine geringe Bias-Spannung führt somit zu einer geringen Ätztiefe und nicht erwünschten Profilen. Möglicherweise hat hier die Energie der am Boden auftreffenden Ionen nicht ausgereicht, um die Passivierung zu entfernen. Allerdings zeigt Bild 9 nur eine geringe Erosion der Maske. Bei einer RF-Leistung von 30 W (Bild 9 B) ist der Maskenabtrag weit höher und auch die Ätztiefe von 109 µm ist beachtlich. Das Ergebnis in Bild 9 B zeigt aber gleichzeitig eine große laterale Aufweitung des Loches, bei dem die Seitenwandpassivierung auch am oberen Rand vollständig eingebrochen ist. Die sich einstellende Bias-Spannung von 171 V führt zu einer großen Ionenenergie, die einen Passivierungsabtrag an den Strukturseiten durch streifenden Abtrag begünstigt. Insgesamt zeigt sich bei den Vorversuchen, dass die Bias-Spannung stark mit den anderen Parametern variiert. Da sie aber einen physikalisch relevanten Einfluss auf die Ionenenergie hat, erscheint es sinnvoll, für die Versuche nach Versuchsplan die Bias-Spannung statt der RF-Leistung einzustellen. So können die Effekte der anderen Einflussfaktoren vom Einfluss der Bias-Spannung getrennt werden. Hierfür muss am Anfang des Versuches nach Einstellung der übrigen Parameter die RF-Leistung an die gewünschte Bias-Spannung angepasst werden. Angestrebt wird eine hohe ER bei ausreichender Selektivität zur

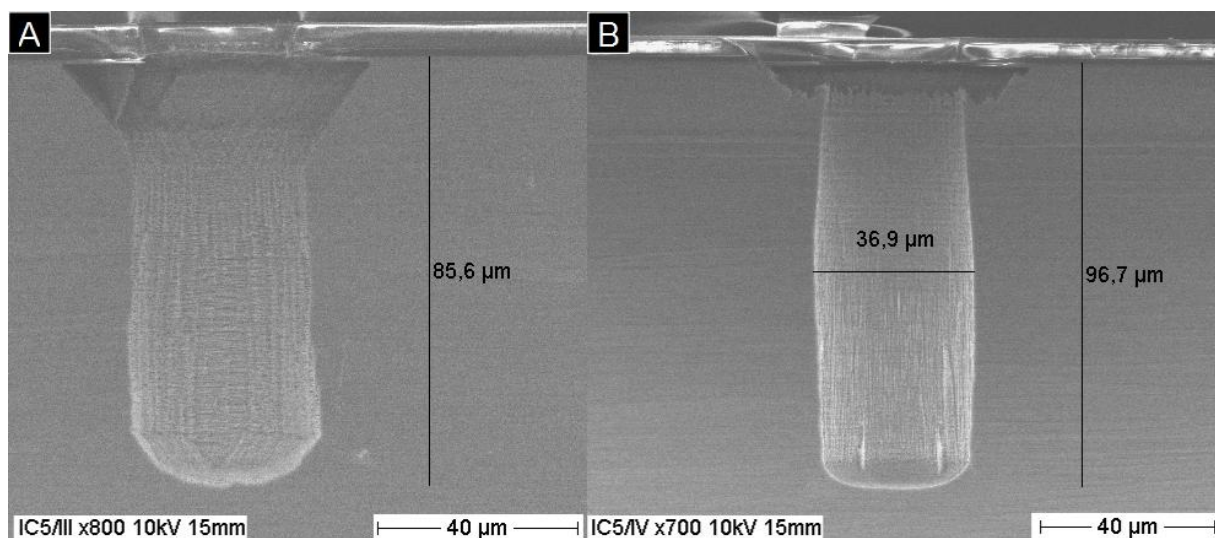


Maske und ausbleibender Seitenwanderosion. Nach den Vorversuchen 8 und 9 wird erwartet, dass dies bei Bias-Spannungen größer als 50 und kleiner als 170 V auftritt. Deshalb wurden die Stufen des Einflussfaktors Bias-Spannung mit 70V und 120 V gewählt.

Die Vorversuche 10 und 11 befassen sich mit dem Verhältnis von Ätz- zu Depositionszeit, im Folgenden mit  $\beta$  bezeichnet. Ausgehend vom Standardrezept wurde  $\beta$  bei konstanter Gesamtzykluszeit von 30 variiert. Tabelle 10 und Bild 10 beschreiben die Einstellungen und Ergebnisse.

**Tabelle 10: Versuchsergebnisse Variation von Ätz- zu Depositionszeit - Vorversuche 10 und 11**

Parameter	Ausgangsversuch	Vorversuch 10	Vorversuch 11
$\beta$	1,86	1	3
Ätzzeit	19,5 s	15 s	22,5
Depositionszeit	10,5 s	15 s	7,5
Ätztiefe	96,1 $\mu\text{m}$	85,6 $\mu\text{m}$	96,7 $\mu\text{m}$



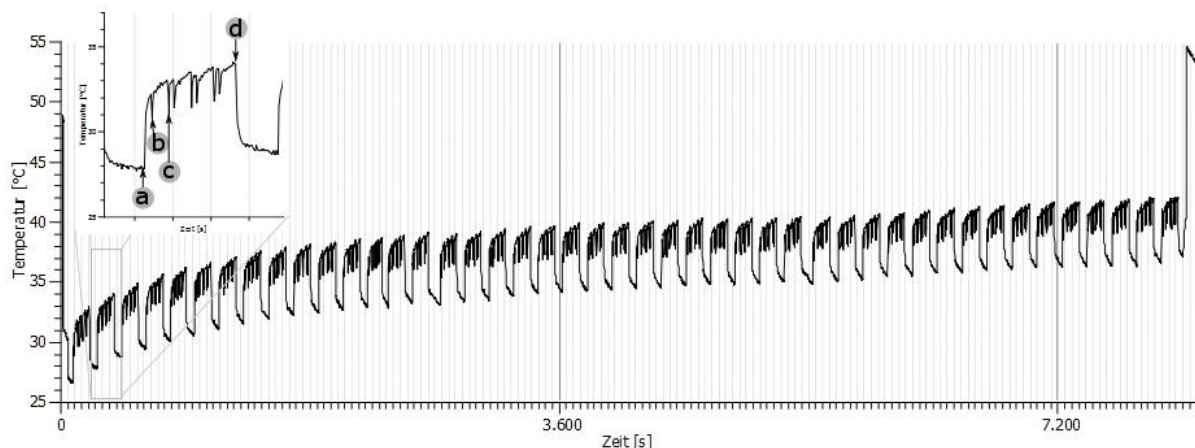
**Bild 10: SEM-Aufnahmen Variation von Ätz zu Depositionszeit (Verhältnis  $\beta$ ) - Vorversuche 10 und 11. A:  $\beta = 1$ ; B:  $\beta = 3$**

Erwartungsgemäß ist die Ätztiefe bei einem Zeitverhältnis  $\beta = 3$  (Vorversuch 11) größer als bei  $\beta = 1$ . Allerdings ist bei Vorversuch 10 die Aufweitung besonders an der Lochoberseite beträchtlich (Bild 10 A). Bild 10 B zeigt hingegen einen relativ homogenen Ätzvorgang, bei dem nur leichtes „Bowing“ zu erkennen ist. Nach außen gebogene Seitenwände können auf Ionenstreuung an der Struktur oder den Masken-

seitenwänden, eine breite Ionenwinkelverteilung, Beugung der Ionenstrahlen durch andere, die Struktur betretende Ionen oder Ablenkung der Ionen durch Masken- oder Seitenwandaufladung hervorgerufen werden [18]. Da die Standardeinstellung mit  $\beta = 1,86$  und Vorversuch 11 mit  $\beta = 3$  relativ gute Ergebnisse erbrachten, wurden diese Werte als untere und obere Stufe für den statistischen Versuchsplan festgelegt.

Nachdem die zu untersuchenden Einflussfaktoren und ihre Stufen für den statistischen Versuchsplan festgelegt worden waren, befassten sich die letzten beiden Vorversuche mit der Temperaturentwicklung. Wie bereits in Abschnitt 3.4 beschrieben, ist die Temperatur ein Störfaktor, den es möglichst konstant zu halten gilt. Die Wafertemperatur wurde bei allen Versuchen mit Hilfe eines Pyrometers gemessen. Dieses ist auf den Photoresist kalibriert. Beim Ätzen wird hingegen Silizium freigelegt, außerdem überlagert sich bei der Messung die Infrarotemission des Wafers mit der Photoemission des Plasmas, so dass absolute Temperaturen schwer zu erfassen sind. Das Verfahren ist aber durchaus geeignet die Temperaturentwicklung während des Ätzprozesses festzustellen. Da an der Heliumrückseitenkühlung keine großen Einstellungsvariationen vorgenommen werden können, ist eine weitere Abkühlung nur durch Pausen im Prozess erzielbar. Wie groß die Pausen sein müssen, um ein zu starkes Aufheizen des Wafers auch über die lange Versuchsdauer der Versuche des statistischen Versuchsplans zu verhindern, wurde durch Einstellung herausgefunden. Hierzu wurde die Faktorstufenkombination ausgesucht, die vermutlich die größte thermische Belastung hervorruft. Ausgehend von den Angaben in Tabelle 11 waren das: Drosselklappenstellung = 82% (wurde in einem kurzen Einzelversuch getestet),  $\text{SF}_6$ -Menge = 180 sccm,  $\text{O}_2$ -Anteil = 10%, Zeitverhältnis  $\beta = 3$ , Bias-Spannung beim Ätzschritt = 120 V (dies entsprach bei den anderen Einstellungen einer RF-Leistung von 16 W). Außerdem wurde auf die teilweise Aluminiumabdeckung verzichtet um möglichst zuverlässige Temperaturmessungen durch das Pyrometer zu erreichen. Die Pause nach jeweils 4 Ätzzyklen (2 min Prozesszeit) wurde so variiert, dass die Temperaturkurve bei ca. 40°C in Sättigung ging. Hierbei stellte sich ein Verhältnis von 2 min Prozesszeit zu 1 min Wartezeit als ausreichend heraus. Anschließend wurde diese Einstellung über eine Prozesszeit von insgesamt 2,25 h (1,5 h Ätzen und Deponieren + 0,75 h Wartezeit) validiert. Anlagenbedingt erfolgt nach jeweils 60 Zyklen ein zusätzlicher Warteschritt von 30 sec. Die bei diesem Versuch maximal erreichte Temperatur betrug 42,1 °C, was einer Temperaturerhöhung von etwa 14 K entspricht. Bild 11 zeigt die aufgezeichnete Temperaturkurve. Am Anfang

und am Ende der Aufzeichnung sind hierbei Spitzen zu sehen, die durch das Waferein- und Ausschleusen bedingt sind. Der Verlauf über die Prozessdauer von 2h 15 min zeigt, die sich das Temperaturmittel um 38°C einpegelt, wobei das Umschalten zwischen Ätz- und Depositionsschritt sowie die Abkühlphasen deutlich zu erkennen sind. Der Ausschnitt zeigt einen typischen Verlauf: Nach der Abkühlphase wird bei Punkt a mit der Deposition begonnen. Der erste steile Anstieg ist hierbei auf das Leuchten des Plasmas zurückzuführen. Der langsame Anstieg danach spiegelt das Aufheizen des Wafers wieder. Bei Punkt b schaltet die Anlage vom Depositions- auf den Ätzplasma um. Nach dem Sprung in der Kurve zeigt sich hier der Temperaturanstieg des Wafers. Ab Punkt c wird erneut deponiert. Dies wiederholt sich bis bei Punkt d das Plasma ausgeschaltet wird (erster steiler Abfall der Kurve) und der Warteschritt zum Abkühlen des Wafers führt.



**Bild 11: Vorversuch Wafererwärmung – Zeitverlauf der Temperatur (a, b, c, d siehe Text)**

### 3.6 Versuche nach statistischem Versuchsplan

In diesem Abschnitt werden die Versuche, die nach dem statistischen Versuchsplan durchgeführt wurden erläutert. Hierzu werden zunächst der Versuchsplan, die Versuchsdurchführung und die Auswertung anhand eines Beispiels erläutert. Anschließend erfolgen die Darstellung der Ergebnisse, das Aufstellen eines Empirischen Modells zur Prognose des Ätzprozesses innerhalb der untersuchten Parametergrenzen und die Diskussion der Resultate.

#### 3.6.1 Der Versuchsplan

Wie bereits in Abschnitt 3.4 dargestellt, wurde ein Versuchsplan mit 16 Einzelversuchen durchgeführt. Mit Hilfe der Vorüberlegungen (siehe Abschnitt 3.4) und Vorversuche konnten aus den in Frage kommenden Einflussgrößen (Tabelle 4) fünf Para-



meter ausgewählt werden, die im statistischen Versuchsplan auf je 2 Stufen variiert wurden. Tabelle 11 stellt dies in der Übersicht dar.

**Tabelle 11: Ausgewählte Einflussfaktoren und ihre Stufen**

<b>Faktor</b>	<b>Bezeichnung</b>	<b>Untere Stufe</b>	<b>Obere Stufe</b>
A	Drosselklappenstellung	70 %	82 %
B	SF <sub>6</sub> -Gasfluss	130 sccm	180 sccm
C	O <sub>2</sub> -Gasfluss in % des SF <sub>6</sub> -Gasflusses	0 %	10 %
D	β (Verhältnis von Ätz- zu Depositionszeit)	1,86	3
E	Bias-Spannung	70 V	120 V

Alle anderen Einstellungen wurden wie bei der Ausgangseinstellung der Vorversuche (Tabelle 6) beibehalten. Die Einflussfaktoren werden im Folgenden auch mit den Buchstaben aus Spalte 1 Tabelle 11 bezeichnet.

Bei 16 Einzelversuchen und fünf Einflussfaktoren mit je zwei Stufen resultiert ein fraktioneller faktorieller  $2^{(5-1)}$ -Versuchsplan [70]. Hierbei muss das Ersetzen einer Wechselwirkung durch einen Effekte in Kauf genommen werden. Im vorliegenden Fall kann davon ausgegangen werden, dass Wechselwirkungen dritter und vierter Ordnung vernachlässigbar klein sind. Größere Effekte werden hingegen bei den Wechselwirkungen 2. Ordnung erwartet. So ist beispielsweise davon auszugehen, dass die Drosselklappenstellung der der SF<sub>6</sub>-Gasfluss stark wechselwirken. Eine Vermengung von Wechselwirkungseffekten 2. Ordnung ist also umgehend zu vermeiden, da bei vermengten Effekten bei der Auswertung der Versuche nicht festgestellt werden kann, welcher der Faktoren Ausschlag gebend war [71]. Dies ist ein wichtiger Grund, weshalb es nicht sinnvoll ist eine Anzahl von 6 oder 7 Einflussfaktoren bei 16 Versuchen zu untersuchen.

Zum Aufstellen des Versuchsplanes wird die Relation (auch Generator genannt) ABCD=E oder ABCDE=I verwendet (siehe hierzu [72]). Tabelle 12 zeigt den Versuchsplan.

**Tabelle 12: Versuchsplan**

Ver- suchs- nummer (zufällig)	Ifd Nr.	Faktor A		Faktor B		Faktor C		Faktor D		Faktor ABCD = E	
		Drosselklappe		SF6 - Gasfluss		O2 –Anteil		Zeitverhältnis $\beta$		Bias - Spannung	
7	1	-1	70%	-1	130	-1	0%	-1	1,86	1	120
2	2	1	82%	-1	130	-1	0%	-1	1,86	-1	70
6	3	-1	70%	1	180	-1	0%	-1	1,86	-1	70
12	4	1	82%	1	180	-1	0%	-1	1,86	1	120
5	5	-1	70%	-1	130	1	10%	-1	1,86	-1	70
11	6	1	82%	-1	130	1	10%	-1	1,86	1	120
13	7	-1	70%	1	180	1	10%	-1	1,86	1	120
1	8	1	82%	1	180	1	10%	-1	1,86	-1	70
14	9	-1	70%	-1	130	-1	0%	1	3	-1	70
10	10	1	82%	-1	130	-1	0%	1	3	1	120
4	11	-1	70%	1	180	-1	0%	1	3	1	120
15	12	1	82%	1	180	-1	0%	1	3	-1	70
3	13	-1	70%	-1	130	1	10%	1	3	1	120
16	14	1	82%	-1	130	1	10%	1	3	-1	70
8	15	-1	70%	1	180	1	10%	1	3	-1	70
9	16	1	82%	1	180	1	10%	1	3	1	120

In Tabelle 12 repräsentiert jede Zeile einen durchzuführenden Versuch mit den jeweiligen Einstellungen der Faktoren A bis E. Die erste Spalte eines jeden Faktors zeigt an, ob die untere (-1) oder obere Stufe (1) im jeweiligen Versuch eingestellt werden muss. Die zweite Spalte gibt den dazugehörigen einzustellenden Wert an. Die Versuche sind zur Übersichtlichkeit mit einer laufenden Nummer (Spalte 2) durchnummeriert. Spalte 1 gibt jedoch die Reihenfolge der Durchführung der Versuche an. Diese Reihenfolge wurde zufällig festgelegt, und soll sicherstellen, dass Störungen - wie z.B. Trends im Prozess - nicht als Effekt eines Einflussfaktors interpretiert werden, sondern stattdessen in die allgemeine Streuung eingehen [71, 72].

### 3.6.2 Versuchsdurchführung

Vor den Versuchen wurden die Wafer wie in Abschnitt 3.1 beschrieben präpariert.

Die Versuche wurden genau in der zufällig festgelegten Reihenfolge (siehe Spalte 1 Tabelle 12) durchgeführt. Alle nicht in Tabelle 12 aufgeführten Parameter wurden wie im Ausgangsrezept (Tabelle 6) belassen. Vor jedem Versuch wurde die Kammer mit einem zehn-minütigen Sauerstoffplasma-Reinigungsprozess (O<sub>2</sub>-Clean) gereinigt, um den Störeinfluss der Reaktorverunreinigung zu minimieren.

Es wurde eine Prozesszeit von 2h (240 Ätz-Depositions-Zyklen) gewählt, um sowohl eine aussagekräftige Ätztiefe zu erreichen als auch ein Durchätzen des Wafers bei den Versuchen zu verhindern. Das Durchätzen der Wafer bei einigen Versuchen hätte die Vergleichbarkeit beeinträchtigt. Wie im Vorversuch zum Temperaturverhalten (Abschnitt 3.5) festgelegt, wurde alle 2 Minuten (4 Ätz-Depositions-Zyklen) eine einminütige Pause eingelegt. Anlagenbedingt kam alle 60 Zyklen eine zusätzliche Pause von 30 sec hinzu.

Um die Bias-Spannung für jede Faktorstufenkombination richtig einstellen zu können, mussten vor dem eigentlichen Versuch 4 Ätz-Depositions-Zyklen zum Justieren der RF-Leistung durchgeführt werden. Während der Versuche wurde die Bias-Spannung mehrfach kontrolliert. Die Schwankungen der Bias-Spannung von  $\pm 5$  V können durch das Nachregeln des Impedanzanpassungs-Netzwerkes erklärt werden, da durch schwankende Passivierungsschichtdicke und Umschalten des Plasmas kein statischer Zustand erreicht wurde. Zur Kontrolle wurden weiterhin Temperaturverlauf und maximale Temperatur dokumentiert.

Nach der Versuchsdurchführung wurden die Wafer gespalten. Wegen des leichten Winkels zwischen Maskenausrichtung und Kristallorientierung wurden hierbei nicht alle Löcher exakt in der Mitte gespalten. Unter dem Sekundärelektronenmikroskop (SEM) wurden je zwei Löcher in der Wafermitte und am Waferrand vermessen. Die Auswahl dieser Löcher erfolgte nachdem alle gespaltenen Löcher betrachtet wurden. Mit dieser Methode konnte sicher gestellt werden, dass die vermessenen und bewerteten Löcher genau in der Mitte gespalten wurden waren und alle SEM-Abbildungen das reale Profil repräsentieren. Für die Auswertung wurden folgende Größen erfasst:

- Ätztiefe im Silizium, gemessen ab oberster Siliziumkante
- Gesamtätztiefe – Waferdicke abzüglich Strecke zwischen Boden des Loches und Wafer Unterseite.
- Verbliebene Resist- und Siliziumoxiddicke
- Durchmesser des Loches oben, unten und in der Mitte

Außerdem wurden das Bowing, die Passivierung, die Passivierung an der Lochoberseite, das Bodenprofil und der Gesamteindruck nach den in Abschnitt 3.3 dargestellten Skalen bewertet.

### 3.6.3 Versuchsauswertung

Bevor die Auswertung nach der Methode des statistischen Versuchsplanes beginnen konnte, wurde für jedes vermessene Loch der größte Durchmesser bestimmt, das Aspektverhältnis (AR) nach Formel (3.1) und der Gesamtabtrag nach Formel (3.2) und (3.3) ausgerechnet.

$$AR = \frac{\text{Ätztiefe im Silizium}}{\text{größter Durchmesser}} \quad (3.1)$$

$$\text{Gesamtabtrag in Silizium} = \text{Resistabtrag} + \text{SiO}_2\text{Abtrag} + \text{SiliziumAbtrag} \quad (3.2)$$

$$\text{SiliziumAbtrag} = \text{Waferdicke vor Ätzen} - \text{Waferdicke nach Ätzen} \quad (3.3)$$

Danach wurde für jeden Wafer die Uniformität mit Hilfe der Gesamtätztiefe nach Formel (3.4) errechnet (Differenz der durchschnittlichen Gesamtätztiefe in der Wafermitte und am Rand geteilt durch den Gesamtdurchschnitt) und Durchschnittswerte über alle vier pro Wafer erfassten Löcher (für die Ätztiefe in Silizium, Gesamtätztiefe, den größten Durchmesser, den Resist- und Siliziumoxidabtrag, das AR und die maximal erreichte Temperatur während des Ätzprozesses) ermittelt. Außerdem wurden auch die vergebenen Noten für Bowing, die Passivierung, die Passivierung an der Lochoberseite, das Bodenprofil und den Gesamteindruck gemittelt.

$$Uniformity = \frac{L1_{Wafermitte} + L2_{Wafermitte} - L1_{Waferrand} - L2_{Waferrand}}{L1_{Wafermitte} + L2_{Wafermitte} + L1_{Waferrand} + L2_{Waferrand}} * 2 \quad (3.4)$$

Die Auswertung der Versuche nach Methode des statistischen Versuchsplanes erfolgte separat für jede in Abschnitt 3.3 festgelegte Zielgröße. Zunächst wurden die Effekte der Einflussfaktoren und Wechselwirkungen errechnet. Hierzu wurde Tabelle 13 aufgestellt. Sie gibt die Vorzeichenspalten für die Berechnung der Effekte der Faktoren und Wechselwirkungen an.

**Tabelle 13: Vorzeichenspalten zur Berechnung der Effekte der Einflussfaktoren und Wechselwirkungen**

Rezept: lfd. Nr.	Einflussfaktoren					Wechselwirkungen									
	A	B	C	D	E = ABCD	AB = CDE	AC = BDE	AD = BCE	AE = BCD	BC = ADE	BD = ACE	BE = ACD	CD = ABE	CE = ABD	DE = ABC
1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1
2	1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1
3	-1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	1	1	1
4	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	-1
5	-1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1	-1	1	1	-1	-1	1
6	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	-1
7	-1	1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1
8	1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	-1	-1	-1	-1	1
9	-1	-1	-1	1	-1	1	1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1
10	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	1
11	-1	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	-1	1	1	-1	-1	1
12	1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	-1
13	-1	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	1	1	1
14	1	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	-1	1	1	-1	-1
15	-1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	1	-1	-1
16	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1

Wie beim Versuchsplan (Tabelle 12) repräsentiert jede Zeile einen durchgeführten Versuch, bei denen der Faktor A bis E auf der unteren (-1) oder oberen Stufe (1) im jeweiligen Versuch eingestellt waren. Die Vorzeichenspalten der Wechselwirkungen ergeben sich durch Multiplikation der betreffenden Effekt-Spalten [71].

Der Effekt ergibt sich, wenn der vorher errechnete Mittelwert der Zielgröße  $\bar{y}$  (siehe oben) aus allen Versuchen, bei denen der betrachtete Faktor auf der unteren Stufe „-1“ stand, vom Mittelwert aus allen Versuchen, bei denen der betrachtete Faktor auf der oberen Stufe „1“ stand, abgezogen wird oder

$$Effekt = \frac{\sum x \bar{y}}{m/2} \quad (3.5)$$

(mit x = Stufe des Faktors, siehe) [72]

Auf diese Art fließt jedes Versuchsergebnis in die Bestimmung aller Einflussfaktor- und Wechselwirkungseffekte ein und wird mehrfach verwendet.

Sind alle Effekte ermittelt, kann ein Signifikanztest für jeden Effekt durchgeführt werden.

Um die Signifikanz zu bestimmen wurde folgendermaßen vorgegangen [71]:

#### 1. Berechnung des Effektes

## 2. Berechnung des Vertrauensbereiches B gemäß

$$B = [Effekt - t * s_{Effekt}; Effekt + t * s_{Effekt}] \quad (3.6)$$

mit

$$s_{Effekt} = \sqrt{\frac{2}{N} * s^2} \text{ (Standardabweichung des Effektes)} \quad (3.7)$$

$$s^2 = \frac{s_{-1}^2 + s_{+1}^2}{2} \text{ (Varianz der Einzelwerte)} \quad (3.8)$$

$s_{-1}^2$  bzw.  $s_{+1}^2$  Varianzen der Versuchsergebnisse, bei welchen der betrachtete Faktor auf der unteren(-1), bzw. oberen (1) Stufe eingestellt wurde

t = Koeffizient aus der Student-t-Verteilung mit  $t = f(1 - \alpha; f)$

N = 16 (Versuchsumfang)

f = N-2 = 14 (Freiheitsgrad)

$1 - \alpha$  = Vertrauensniveau

## 3. Enthält der Vertrauensbereich nicht den Wert 0, so ist der Effekt als signifikant einzustufen.

Hinter dieser Vorgehensweise verbirgt sich ein Hypothesentest. Getestet wird, ob die die wahren, aber unbekannten Mittelwerte zweier Gruppen gleich sind (Null-Hypothese). Die zwei Gruppen sind in diesem Fall die Versuche, bei denen der untersuchte Faktor auf Stufe „-1“ bzw. „+1“ eingestellt wurde. Mit Hilfe der Versuche können weder der wahre Effekt noch die wahren Mittelwerte der Zielfunktion ermittelt werden. Alle Werte sind nur Schätzungen der wahren Werte anhand der Versuchsergebnisse. Es soll jedoch nachgewiesen werden, dass die Einstellung des Einflussfaktors sich tatsächlich auf den Zielwert auswirkt, d.h. dass die Mittelwerte der Versuche, bei denen die untere Stufe eingestellt wurde, sich von denen der oberen Stufe unterscheiden (Alternativhypothese). Die Null-Hypothese lautet, dass sich beide Werte nicht unterscheiden. Wird sie abgelehnt, besteht ein signifikanter Unterschied bei einer Irrtumswahrscheinlichkeit von  $\alpha$ . Der Effekt ist auch als Differenz zwischen den beiden Mittelwerten der Versuchsgruppen zu interpretieren. Liegt innerhalb des errechneten Vertrauensbereiches der Wert 0, so besteht die Aussicht, dass die wahre Differenz zwischen beiden Mittelwerten (der Effekt) gleich Null ist, also kein Unterschied vorliegt. Der errechnete Effekt könnte dann auf einem Zufall oder aus den eingestellten Parametern beruhen.

Ist ein Effekt nicht signifikant, so heißt dies nicht zwingend, dass der Faktor die Zielgröße nicht beeinflusst. Es ist auch möglich, dass die Anzahl der Versuche bei der

vorliegende Streuung nicht ausgereicht hat, um den Effekt signifikant nachzuweisen. Weitere Versuche könnten dann Klarheit schaffen.

### 3.6.4 Ergebnisse

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse der Versuche nach statistischem Versuchsplan in tabellarischer Form wiedergegeben.

Tabelle 14 listet die errechneten Effekte (siehe Abschnitt 3.6.3) für die einzelnen Zielgrößen (siehe Abschnitt 3.3) auf. Hierbei ist zu beachten, dass jeder Effekt eine physikalische Einheit besitzt. Diese ergibt sich aus der Einheit der Zielgröße geteilt durch die Einheit bzw. Einheiten der Effekte. Allerdings ist es in der statistischen Versuchsplanung aus Gründen der Übersichtlichkeit nicht üblich, Effekte mit Einheiten anzugeben. Deshalb wurden sie auch hier weggelassen. Am Anfang jeder Zeile wurde für jede Zielgröße der Mittelwert der Zielgröße (nicht des Effektes) über alle Versuchsdaten angegeben, um die Größe des Effektes besser bewerten zu können. In der jeweils darunter befindlichen Zeile wird angegeben, ob der Effekt nach dem oben beschriebenen Signifikanztest als signifikant eingestuft werden kann. Hierbei wurden auf drei Signifikanzniveaus ( $1-\alpha$ ) geprüft. Das 80% Signifikanzniveau wurde für diesen Versuch als ausreichend angesetzt, weil die anschließenden Optimierungsversuche eventuelle Irrtümer aufdecken würden. Desweiteren wurde auch auf die in der Literatur üblichen Niveaus von 90% und 95% geprüft. Die signifikanten Effekte sind in Tabelle 14 mit rot, orange bzw. gelb hervorgehoben.

Tabelle 15 gibt eine Übersicht über die Einzelversuche, die hinsichtlich Gesamteindruck, Tiefe im Silizium, kleinstem maximalen Durchmesser, größtem AR und bester Uniformität am besten bewertet wurden. Hierbei wird die Bewertung des jeweiligen Zielkriteriums, zufällige Versuchsnummer, laufende Rezeptnummer und die dazugehörige Faktorstufenkombination (Einstellung der Einflussfaktoren) angegeben. Außerdem wird zum besseren Vergleich noch der Mittelwert des jeweiligen Zielkriteriums über alle Versuche angegeben. Bild 12 bis Bild 15 zeigen die dabei erzielten Profile der besten Versuche.

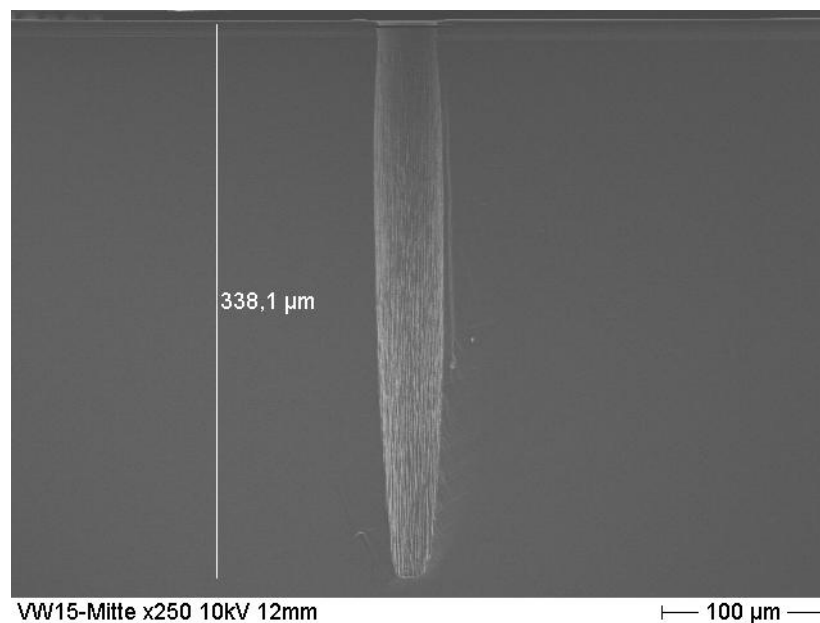
Tabelle 14: Ergebnisse der Versuche nach statistischem Versuchsplan – Effekte. (rot 95%-, orange 90%-, gelb 80%-Signifikanzniveau)

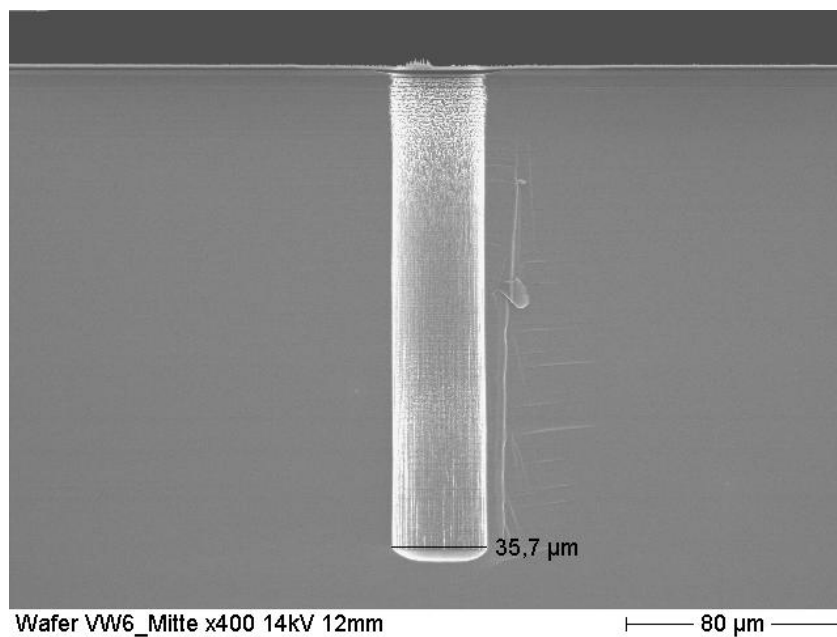
Zielgröße	Mittelwert		Einflussfaktoren					Wechselwirkungseffekte									
			A	B	C	D	E	AB	AC	AD	AE	BC	BD	BE	CD	CE	DE
Tiefe ab Si in µm	245,43	Effekt	95,14	18,66	-4,90	18,70	-1,44	-5,17	-4,64	14,66	-7,06	-2,99	10,35	19,26	1,95	0,00	-19,91
		Signifikant?	95%	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein
Gesamtätztiefe in µm	243,82	Effekt	79,61	2,71	7,72	31,71	-4,65	-8,79	0,74	20,43	-22,60	2,78	15,72	3,32	-1,67	12,62	-6,89
		Signifikant?	95%	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein
Größter Durchmesser in µm	45,52	Effekt	-8,20	-6,16	-6,98	3,28	7,87	7,93	8,98	4,24	-7,69	5,47	5,73	-1,88	4,72	-5,93	-5,50
		Signifikant?	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	80%	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein
Resist-& SiO <sub>2</sub> -Abtrag in µm	6,30	Effekt	-5,00	-1,09	-1,03	1,58	1,80	-0,16	-0,23	0,82	-0,47	-0,03	0,08	-1,15	-0,33	0,20	-0,10
		Signifikant?	95%	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein
Gesamtabtrag in µm	11,11	Effekt	-14,63	-10,71	2,09	4,70	11,42	9,46	-3,35	-2,30	-10,09	-3,15	-3,04	-10,77	9,29	3,32	3,03
		Signifikant?	90%	80%	Nein	Nein	80%	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	80%	Nein	Nein	Nein
Aspektverhältnis ohne Einheit	5,59	Effekt	2,55	0,48	0,48	-0,16	-0,79	-0,99	-0,54	0,21	0,11	-0,09	0,17	0,06	-0,49	0,65	0,08
		Signifikant?	95%	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein
Uniformität in % U>0 Mitte tiefer	-1,01%	Effekt	-1,09%	0,90%	-0,71%	0,86%	0,34%	0,43%	1,01%	0,66%	-0,01%	1,97%	0,04%	2,11%	3,18%	-0,44%	1,74%
		Signifikant?	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	80%	Nein	80%	95%	Nein	Nein
Maximale Temperatur in °C	43,09	Effekt	-3,66	-0,54	1,91	0,64	1,64	3,26	1,51	-2,51	-3,61	0,99	-3,74	-3,94	-1,34	-0,64	2,64
		Signifikant?	80%	Nein	Nein	Nein	Nein	80%	Nein	Nein	80%	Nein	80%	80%	Nein	Nein	Nein
Bowling Note zw. -3 und 3	0,31	Effekt	2,88	0,50	-0,50	-0,13	0,13	0,25	0,00	0,88	0,38	0,13	0,25	0,00	0,25	0,75	-0,38
		Signifikant?	95%	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein
Passivierung Note zw. -3 und 3	-1,52	Effekt	1,09	1,00	0,60	-0,40	-0,98	0,20	0,12	-0,02	0,24	-0,34	-0,04	-0,26	0,09	-0,39	0,13
		Signifikant?	95%	90%	Nein	Nein	90%	Nein	Nein	Nein	80%	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein
Passivierung Lochoberseite Note zw. -3 und 3	2,52	Effekt	-0,61	0,04	-0,01	0,28	0,87	-0,32	0,14	0,14	0,51	-0,14	-0,14	-0,14	0,22	0,01	-0,28
		Signifikant?	90%	Nein	Nein	Nein	95%	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein
Bodenprofil in Noten 1= / _ \; 2=   _  ; 3= V	2,20	Effekt	1,58	0,31	-0,08	-0,47	-0,18	0,23	0,14	-0,01	0,06	0,28	-0,08	-0,27	-0,11	0,06	0,16
		Signifikant?	95%	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein
Gesamteindruck Note zw. 1 und 6	3,36	Effekt	-1,00	-0,30	-0,34	0,11	0,97	0,61	0,37	-0,52	-0,83	0,99	-0,61	-0,13	-0,16	-0,21	0,08
		Signifikant?	90%	Nein	Nein	Nein	90%	Nein	Nein	Nein	80%	90%	Nein	Nein	Nein	Nein	Nein



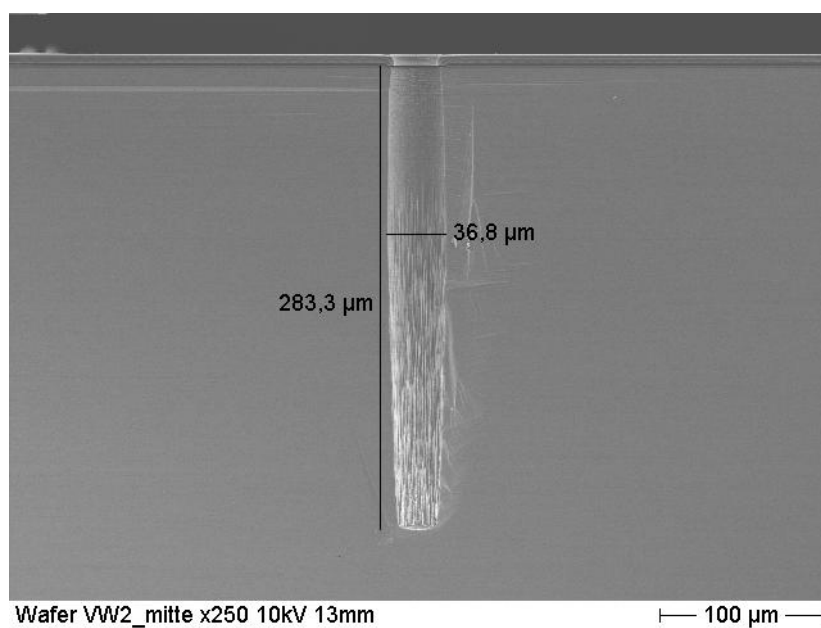
**Tabelle 15: Ergebnisse der besten Einzelversuche hinsichtlich Gesamteindruck, Tiefe, Durchmesser, Aspektverhältnis und Uniformität**

	Bewertung	Mittelwert	Versuchs-Nr.	Rezept: lfd. Nr.	Drosselklappe	SF <sub>6</sub>	O <sub>2</sub>	Zeitverh. Beta	Bias - Spannung
Bestgelungenes Loch (Gesamteindruck):	1,93	3,36	15	12	82%	180	0%	3	70
Tiefstes Loch (Tiefe ab Si)	331,45	245,43	15	12	82%	180	0%	3	70
Kleinster Max Durchmesser	35,24	45,52	6	3	70%	180	0%	1,86	70
Größtes AR	7,65	5,59	2	2	82%	130	0%	1,86	70
Beste Uniformität	-0,28%	-1,01%	8	15	70%	180	10%	3	70

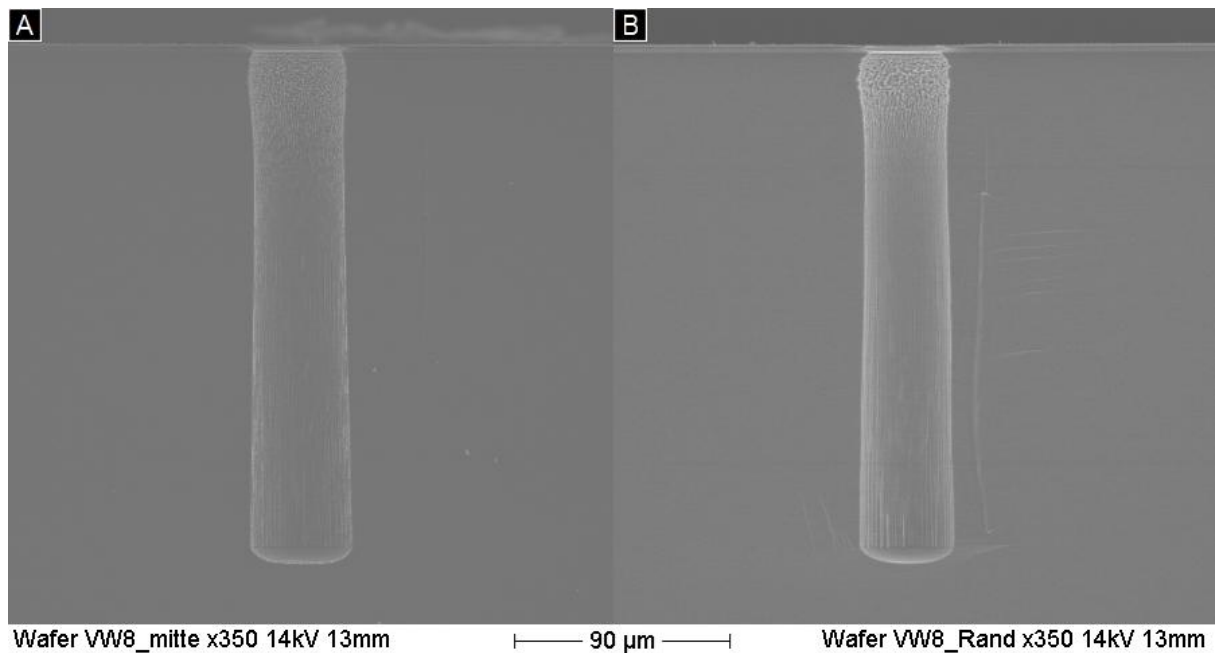
**Bild 12: Beste Einzelergebnisse - bestgelungenstes und tiefstes Loch (Versuch 15)**



**Bild 13: Beste Einzelergebnisse - kleinster Durchmesser (Versuch 6)**



**Bild 14: Beste Einzelergebnisse - größtes Aspektverhältnis (Versuch 2)**



**Bild 15: Beste Einzelergebnisse - beste Uniformität (Versuch 8).**

**A: Loch in der Wafermitte; B: Loch am Waferrand**

### *Empirische Modelle*

Aus den in Tabelle 14 dargestellten Versuchsergebnissen lässt sich ein lineares empirisches Modell zur Prognose der Zielgrößen in Abhängigkeit von den Einflussfaktoren zwischen der unteren und oberen Stufe erstellen. Hierbei erfolgt die Prognose ausschließlich auf Basis der linearen Interpolation der Zielfunktion zwischen den beiden Faktorstufen der Einflussfaktoren. Bei der Auswahl der Stufen wurde deshalb darauf geachtet, dass sich die wichtigsten Zielgrößen, wie Ätztiefe und Durchmesser, in diesem Bereich monoton verhalten. Das Modell stellt eine Prognose für einen zwei-stündigen Ätzprozess mit den oben in Abschnitt 3.6.2 beschriebenen Pausen. Die Prognose der Zielgrößen wurde nach Formel (3.9) mit  $i$  und  $j$  als Einflussfaktoren durchgeführt werden:

$$\text{Zielgröße} = \text{Mittelwert} + \sum_{i=1}^5 K_i * \Delta i + \sum_{i=1}^5 \sum_{j=2}^{5;j>i} K_{ij} * \Delta i * \Delta j \quad (3.9)$$

mit 
$$K_i = \frac{\text{Effekt } i}{(\text{obere Stufe } i - \text{untere Stufe } i)}$$

$$K_{ij} = \frac{\text{Wechselwirkungseffekt}}{(\text{obere Stufe } i - \text{untere Stufe } i) * (\text{obere Stufe } j - \text{untere Stufe } j)}$$

$$\Delta i = \text{Einstellwert Faktor} - \frac{\text{obere Stufe} - \text{untere Stufe}}{2}$$

Die einzelnen Zielgrößen können nach diesem Muster, in Form einer zugeschnittenen Größengleichung, prognostiziert werden. Die Koeffizienten der Größengleichungen gibt Tabelle 16 wieder. Auch hier werden wie bei Tabelle 14 die Einheiten aus

Gründen der Übersichtlichkeit weggelassen. In den zugeschnittenen Größengleichungen ist A durch die Angabe der Drosselklappenstellung als Dezimalbruch, B durch den SF<sub>6</sub>-Gasfluss in sccm, C durch den O<sub>2</sub>-Gasfluss als Anteil des SF<sub>6</sub>-Gasflusses, D durch das Zeitverhältnis  $\beta$  und E durch die Bias-Spannung in Volt zu ersetzen.

**Tabelle 16: Koeffizienten für die zugeschnittenen Größengleichungen des linearen Modells**

Zielgröße	Mittelwert	Einflussfaktoren					Wechselwirkungseffekte									
		K <sub>A</sub>	K <sub>B</sub>	K <sub>C</sub>	K <sub>D</sub>	K <sub>E</sub>	K <sub>AB</sub>	K <sub>AC</sub>	K <sub>AD</sub>	K <sub>AE</sub>	K <sub>BC</sub>	K <sub>BD</sub>	K <sub>BE</sub>	K <sub>CD</sub>	K <sub>CE</sub>	K <sub>DE</sub>
Tiefe ab Si	245,43	792,86	0,37	-48,98	16,40	-0,03	-0,86	-386,26	107,15	-1,18	-0,60	0,18	0,01	17,10	0,00	-0,35
Gesamtätztiefe	243,82	663,39	0,05	77,24	27,82	-0,09	-1,46	61,40	149,31	-3,77	0,56	0,28	0,00	-14,65	2,52	-0,12
Größter Durchmesser	45,52	-68,29	-0,12	-69,80	2,88	0,16	1,32	748,69	30,96	-1,28	1,09	0,10	0,00	41,43	-1,19	-0,10
Resist- & SiO <sub>2</sub> -Abgang	6,30	-41,70	-0,02	-10,31	1,38	0,04	-0,03	-19,01	6,02	-0,08	-0,01	0,00	0,00	-2,90	0,04	0,00
Gesamtabtrag	11,11	-121,91	-0,21	20,94	4,13	0,23	1,58	-279,43	-16,82	-1,68	-0,63	-0,05	0,00	81,53	0,66	0,05
Aspektverhältnis	5,59	21,24	0,01	4,85	-0,14	-0,02	-0,17	-44,97	1,57	0,02	-0,02	0,00	0,00	-4,27	0,13	0,00
Uniformität	-1,01%	-0,09	0,00	-0,07	0,01	0,00	0,00	0,84	0,05	0,00	0,00	0,00	0,00	0,28	0,00	0,00
Maximale Temperatur	43,09	-30,52	-0,01	19,13	0,56	0,03	0,54	126,04	-18,37	-0,60	0,20	-0,07	0,00	-11,73	-0,13	0,05
Bowing	0,31	23,96	0,01	-5,00	-0,11	0,00	0,04	0,00	6,40	0,06	0,03	0,00	0,00	2,19	0,15	-0,01
Passivierung	-1,52	9,10	0,02	5,96	-0,35	-0,02	0,03	10,07	-0,12	0,04	-0,07	0,00	0,00	0,80	-0,08	0,00
Passivierung Lochoberseite	2,52	-5,10	0,00	-0,06	0,25	0,02	-0,05	11,46	1,01	0,09	-0,03	0,00	0,00	1,92	0,00	0,00
Bodenprofil	2,20	13,13	0,01	-0,75	-0,41	0,00	0,04	11,98	-0,09	0,01	0,06	0,00	0,00	-0,99	0,01	0,00
Gesamteindruck	3,36	-8,32	-0,01	-3,43	0,10	0,02	0,10	30,99	-3,78	-0,14	0,20	-0,01	0,00	-1,42	-0,04	0,00

Formel (3.10) gibt ein Beispiel für die zugeschnittene Größengleichung zur Prognose der Ätztiefe in  $\mu\text{m}$ .

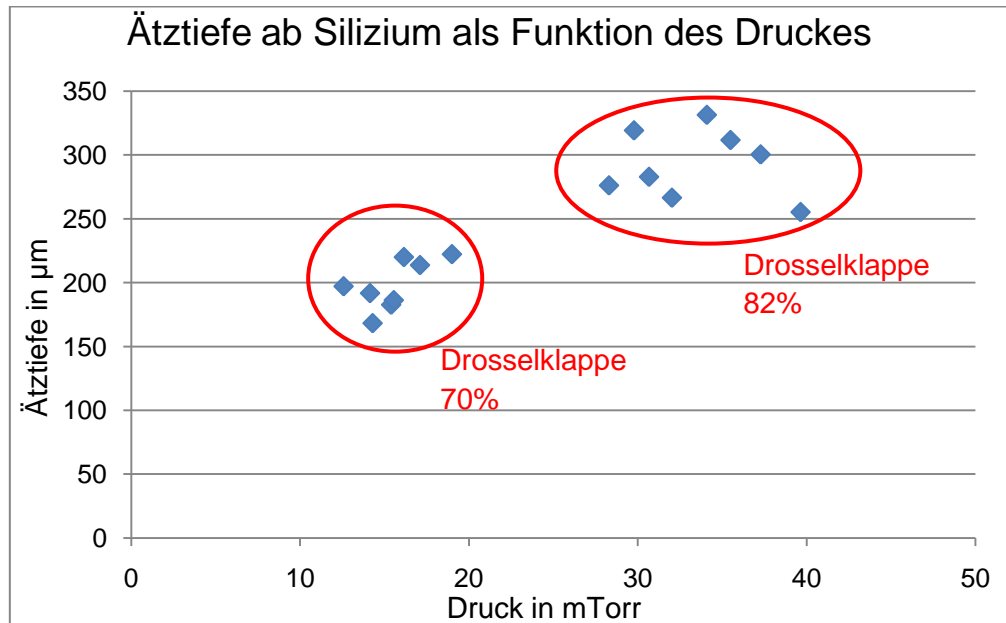
$$\begin{aligned} \text{Ätztiefe im Si} = & 245,43 + 792,9 * \Delta A + 0,373 * \Delta B - 49 * \Delta C + 16,4 * \Delta D - 0,029 * \Delta E - 0,86 * \\ & \Delta A * \Delta B - 386 * \Delta A * \Delta C + 107,1 * \Delta A * \Delta D - 1,177 * \Delta A * \Delta E - 0,6 * \Delta B * \Delta C + 0,283 * \Delta B * \\ & \Delta D + 0,007 * \Delta B * \Delta E + 17,1 * \Delta C * \Delta D - 0,0008 * \Delta C * \Delta E - 0,349 * \Delta D * \Delta E \end{aligned} \quad (3.10)$$

### 3.6.5 Diskussion

In diesem Abschnitt werden nach Zielgrößen sortiert die Einflussfaktoren diskutiert, die sich nach den Ergebnissen aus Abschnitt 3.6.4 als besonders groß und als signifikant herausgestellt haben. Hierbei wird versucht Interpretationshilfen zu geben.

Nur für die Drosselklappenstellung ließ sich ein signifikanter Einfluss auf die Ätztiefe, sowohl gemessen ab dem verbleibenden Silizium als auch als Gesamtätztiefe, nachweisen. Je weiter die Drosselklappe geschlossen war, desto größer war die Ätztiefe. Mit zunehmendem Verschluss der Drosselklappe steigt der Druck in der Kammer einher. Bild 16 zeigt die Ätztiefe in Abhängigkeit vom maximalen Druck. Hier las-

sen sich klar zwei Gruppen um 15 bzw. 33 mTorr abgrenzen, die auf die unterschiedliche Drosselklappenstellung während der Experimente zurückzuführen sind.



**Bild 16: Ätztiefe in Abhängigkeit vom Druck**

Wie sich die Ionenenergie- und -winkelverteilung bei Variationen des Druckes bei konventionellen kapazitiv gekoppelten Plasmen auswirkt, zeigten Liu et al. [40] für den Fall kollisionsbehafteter Schilde. Allerdings kann im vorliegenden Fall nicht von diesen Voraussetzungen ausgegangen werden, da mit einer freien Weglänge von ca. 10 mm und einer Dunkelraumdicke von 0,15 mm bei 10 mTorr bei ICP-Anlagen von einem kollisionsfreien Dunkelraum ausgegangen werden muss [43], den die Ionen in nur einem AC-Zyklus überwinden können. Zheng et al. [43] zeigen jedoch, dass sich eine Druckänderung bereits vor dem Eintritt der Ionen in den Dunkelraum auf deren Temperatur, damit auf die laterale Komponente der Ionengeschwindigkeit und somit auf die Ionenwinkelverteilung auswirkt. Erklärt wird das durch Kollisionen bereits im Presheath, wo die Ionen auf die Bohmgeschwindigkeit beschleunigt werden. Abgeschätzt werden kann diese Auswirkung nach den Daten von Woodworth et al. [48], die Untersuchungen zu Argonplasmen in ICP-Anlagen durchführten. Hierbei zeigte sich, dass sich ICP-Plasmen im Vergleich zu CCP-Plasmen durch eine weitaus schmalere Ionenenergieverteilung mit nur einer Spitze auszeichnen. Das ist auf den kollisionsfreien Dunkelraum, die große DC-Spannung und die Tatsache zurückzuführen, dass die Ionen in einem AC-Zyklus den Dunkelraum durchqueren können. Die Autoren zeigen, dass eine Druckänderung von 15 auf 33 mTorr in Argonplasmen bei 100 Watt RF-Leistung eine Verschiebung der durchschnittlichen Ionenenergie nach

Durchqueren des Dunkelraums von 17 auf 12 eV hervorruft. Die Energie nimmt also um 29% ab. Gleichzeitig erhöht sich jedoch der Ionenfluss von ca. 0,009 auf 0,013 A/cm<sup>2</sup>. Die Auswirkungen auf die Ionenwinkelverteilung können mit der quer zur Ionenbeschleunigung verlaufenden, lateralen Geschwindigkeitskomponente abgeschätzt werden, die durch die Ionentemperatur beim Eintritt in den Dunkelraum gegeben ist. Diese variierten bei Woodworth et al. [48] zwischen 0,18 eV und 0,22 eV bei einer Druckänderung von 2,5 auf 50 mTorr. Eine Abschätzung des Winkels kann über die Formel (3.11) nach [42] getroffen werden:

$$\theta_{IAD} = \arctan\left(\sqrt{\frac{k \cdot T_i}{\pi \cdot E_{Bias}}}\right) \quad (3.11)$$

Mit dieser Abschätzung ergibt sich bei einer Variation des Druckes von 15 auf 33 mTorr und einer Bias-Spannung von 105 V eine Vergrößerung des durchschnittlichen Ionenwinkels von 1,38° auf 1,43°. Dies entspricht einer relativen Änderung um 3,9%.

Die Daten von Woodworth et al. für Argonplasmen können nicht eins zu eins auf SF<sub>6</sub> übertragen werden, qualitativ ist aber das selbe Verhalten zu erwarten und so liefern die oben dargestellten Überlegungen wertvolle Anhaltspunkte.

Im vorliegenden Fall scheinen, wie bei Gotoh et al. [75], noch die zur Verfügung stehenden Radikale limitierend auf die ER zu wirken. Bei einem Druck von 33 mTorr stehen mehr Radikale zum Ätzen zur Verfügung. Die Ionendichte und -energie am Strukturboden ist weiterhin ausreichend, um die Passivierung zu entfernen, obwohl zunehmende Kollisionen der Ionen im Plasma (bzw. Presheath) eine Aufweitung der Ionenwinkelverteilung hervorrufen und die durchschnittliche Ionenergie reduzieren. Diese Faktoren wirken erst bei höheren AR limitierend (Abschnitt 2.2.3).

Der maximale Durchmesser des Loches korreliert am stärksten mit der Wechselwirkung zwischen Drosselklappenstellung und Sauerstoffanteil. Es ist anzunehmen, dass der Sauerstoff sowohl die Passivierung des Loches vermehrt angreift [42], als auch für eine vermehrte Fluor-Radikalbildung im Plasma sorgt [16]. Zusammen mit einem erhöhten Druck (Drosselklappe weiter geschlossen) und damit einhergehender höherer Teilchendichte und Verweilzeit ist ein vermehrtes Seitenwandätzen erklärbar. Auch wird bei höherem Druck die Ionenwinkelverteilung weiter und mehr Ionen treffen auf die Seitenwände. Dies trägt ebenfalls zum Passivierungsabtrag bei.

Der Maskenabtrag skaliert ebenso wie der Gesamtabtrag an der Waferoberseite am stärksten entgegen der Drosselklappenstellung. Das kann darauf zurückgeführt wer-

den, dass bei höherem Druck die Ionen mit geringerer Energie auf die Oberfläche auftreffen, da die vermehrten Kollisionen mit anderen Teilchen eine starke Beschleunigung verhindern. Dies bestätigt der Effekt der Bias-Spannung auf den Gesamtabtrag, da die Bias-Spannung ebenfalls ein Maß für die Ionenbeschleunigung ist. Der relativ starke Wechselwirkungseffekt zwischen  $\text{SF}_6$ -Fluss und Bias-Spannung ist mit einer erhöhten Anzahl (mehr  $\text{SF}_6$ ) an beschleunigten Ionen erklärbar. Auch der  $\text{SF}_6$ -Fluss selbst weist einen Effekt auf einem Signifikanzniveau von 80% auf, obwohl eine größere Gasmenge wiederum zu höherem Druck und zu vermehrten Ionenkollisionen führt.

Das AR zeigt die stärkste Abhängigkeit proportional zur Drosselklappenstellung. Was auf den ersten Blick verwundert, da mit einem erhöhten Druck ein Verlust an Anisotropie und ein eher isotropes Profil verbunden wird [76]. Die Abhängigkeit könnte aber den gleichen Mechanismus wie bei der Ätztiefe (siehe oben) widerspiegeln, d.h. mit erhöhtem Druck wird vermehrt in die Tiefe geätzt, da mehr Radikale zur Verfügung stehen und die Passivierung am Strukturboden von den vorhandenen Ionen bereits entfernt wurde. Zusätzlich zeigt sich in Tabelle 14 auch noch ein antiproportionaler Effekt der Drosselklappe auf den größten Durchmesser.

Die Effekte, die auf die Uniformität wirken sind hingegen schwerer erklärbar. Die Uniformität zeigt den Unterschied zwischen ER in der Wafermitte und am Rand auf. Hierbei spielen verschiedenen Uniformitäten zusammen. Exemplarisch wird hier die Wechselwirkung von Sauerstoffanteil und Zeitverhältnis betrachtet: Die Gesamtätzrate ist abhängig von der Passivierungsdicke, der Sputterrate, der Siliziumätzrate und der für das Siliziumätzen verbleibende Ätzzeit. Die Passivierungsdicke ist eine Funktion der Depositionsrate und der Depositionszeit/Zeitverhältnis. Die Sputterrate kann die auch eine Funktion des  $\text{O}_2$ -Anteils sein. Die Siliziumätzrate ist abhängig vom  $\text{O}_2$ -Anteil. Die für das Siliziumätzen verbleibende Ätzzeit hängt von der Passivierungsschichtdicke und vom Zeitverhältnis ab. All die beschriebenen Größen und ihre Uniformitäten spielen im vorliegenden Fall so zusammen, dass eine positive Wechselwirkung zwischen  $\text{O}_2$ -Anteil und Zeitverhältnis zu einer vermehrten Ätzung in der Wafermitte führt.

Die Wafertemperatur wird durch viele Wechselwirkungen beeinflusst. Keine dieser Wechselwirkungen erreicht jedoch ein Signifikanzniveau von über 80%. Das komplexe Zusammenspiel der Einflüsse auf Anzahl und Energie der auftreffenden Teilchen erlaubt hier keine einfache Modellbildung anhand der Ergebnisse. Lediglich der Ef-

fekt einer weiter geöffneten Drosselklappe, der damit verbundenen Drucksenkung und erhöhten Ionenbeschleunigung in Waferichtung erscheint von vornherein Anhub schlüssig.

Eine weiter geschlossene Drosselklappe resultiert außerdem in einer Erhöhung des sogenannten „Bowings“. Erklärbar ist das mit einer breiteren Ionenwinkelverteilung durch den erhöhten Druck. Wie oben geschildert, nimmt der mittlere Ionenaufschlagwinkel mit Änderung der Drosselklappe zu. Die Ionen werden dann nicht mehr so senkrecht auf den Wafer beschleunigt. Dies führt zu vermehrten Einschlägen in der Seitenwand.

Weiterhin bewirkt eine Schließung der Drosselklappe laut Versuchsergebnissen eine vermehrte Passivierungsbildung. Der höhere Druck während des Depositionsschrittes könnte zu einer verbesserten Anlagerung der  $CF_x$ -Radikale beitragen. Dies steht allerdings im Widerspruch zur Literatur [27, 77]. Außerdem ist eine Verbesserung der Passivierung durch Erhöhung des  $SF_6$ -Flusses zu beobachten. Eventuell resultiert dieser Effekt aus den Experimenten mit  $O_2$ -Zugaben. Hierbei könnte eine vermehrte  $SF_6$ -Zugabe zu einer erhöhten Bildung von  $SO_2$ - und  $SOF_4$ -Teilchen führen [16]. Der Sauerstoff stünde dann nicht mehr zur Erosion der Passivierung zur Verfügung. Der Effekt der Bias-Spannung kann im Zusammenhang mit dessen Einfluss auf die Passivierung an der Lochoberseite so interpretiert werden, dass die Ionen zwar stärker beschleunigt werden und so die Passivierung an der Oberseite nicht so oft getroffen wird, aber auch die vom Boden reflektierten Ionen noch genug Energie aufweisen, um die Passivierung an der Seitenwand zu entfernen. Der Einfluss der Drosselklappe auf die Passivierung an der Lochoberseite könnte aus dem Zusammenspiel zwischen Ätz- und Depositionsschritt erklärt werden. Bei beiden Schritten sinkt der Druck bei einer niedrigeren Drosselklappeneinstellung, dies scheint den Abtrag an der Oberseite jedoch stärker zu fördern als die Anlagerung der Passivierung.

Auch das Bodenprofil zeigt die stärkste Abhängigkeit von der Drosselklappenstellung. Hierbei führt eine weiter geschlossene Drosselklappe zu einem eher V-förmigen Profil. Da bei erhöhtem Druck eher weniger deponiert wird [27, 77] ist dieser Effekt wahrscheinlich auf die Verbreiterung der Ionenwinkelverteilung zurückzuführen (siehe oben). Hierbei wirkt sich der Ionenschattenwurf besonders auf die Lochränder aus, wobei in die Mitte des Lochbodens noch genügend Ionen gelangen.



Der Gesamteindruck ist ebenfalls am stärksten von der Drosselklappenstellung abhängig. Dies ist zu erwarten da dieser Faktor auch auf die andern Zielgrößen stark einwirkt.

### **3.6.6 Zusammenfassung**

In den Versuchen nach statistischem Versuchsplan wurden die Einflussgrößen, die sich in Abschnitt 3.4 und 3.5 als besonders ausschlaggebend für das Ätzprofil gezeigt haben, untersucht. Die Versuche wurden in zufälliger Reihenfolge unter möglichst konstanten Versuchsbedingungen durchgeführt. Hierbei hat sich gezeigt, dass der wichtigste Parameter die Stellung der Drosselklappe ist, da sie auf die Mehrheit der Zielgrößen bereits bei einer Anzahl von nur 16 Versuchen signifikante Auswirkungen zeigte. Die Drosselklappenstellung wirkte über den sich einstellenden Druck und die Verweilzeit auf die Plasmabedingungen.

Aus allen Effekten konnte ein Modell zur Prognose der Zielgrößen innerhalb der betrachteten Parametergrenzen und den gegebenen Versuchsbedingungen aufgestellt werden.

Das beste Einzelversuchsergebnis hinsichtlich Gesamteindruck und Äztiefe wurde bei 82% Drosselklappenstellung, 180 sccm SF<sub>6</sub>-Fluss, 0% O<sub>2</sub>-Anteil, einem Ätz-zu Depositionszeitverhältnis von 3 und einer Bias-Spannung von 70 V erzielt. Hierbei wurde bereits nach der Standardprozesszeit von 2 Stunden plus 1 Stunde Abkühlzeit eine durchschnittliche Äztiefe von 330 µm erreicht. Die im Rahmen des PRONANO-Projektes geforderte Zieltiefe wurde folglich bereits bei gutem Profil erfüllt (Bild 12).

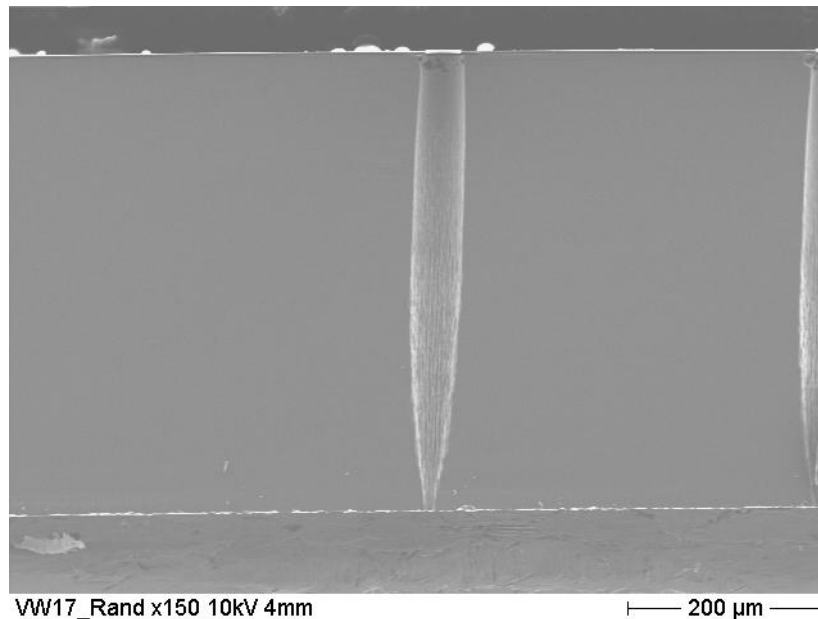
## **3.7 Optimierungsversuche**

Im Anschluss an der Versuche nach statistischem Versuchsplan wurden Optimierungsversuche durchgeführt, um festzustellen ob auch das Durchätzen eines 500 µm Wafers möglich ist und um das Profil weiter zu verbessern.

### **3.7.1 Durchätzen des Wafers mit bestem Rezept der Versuchsplanung**

Hierzu wurde der Ätzprozess zunächst nach dem Rezept des besten Versuches durchgeführt, bis der Wafer durchätzt war. Während dieses Versuches wurde mit Hilfe eines optischen Mikroskopes und Rückseitenbeleuchtung der Ätzfortschritt kontrolliert. Zum Durchätzen waren 452 Ätzzyklen, d. h. eine Prozesszeit von 3,7 Stunden plus Wartezeit, notwendig. Danach war außerdem ein deutlicher Anstieg des Heliumflusses der Rückseitenkühlung zu beobachten, was auf den Gasaustritt durch

die Löcher und besonders die ebenfalls durchätzten Markierungsmarken, zurückzuführen ist. Nach dem Durchätzen wurden noch weitere 28 Ätzzyklen durchgeführt, um den noch sehr kleinen Durchmesser der Löcher an der Unterseite etwas zu vergrößern. Wie Bild 17 zeigt, ist der Wafer vollständig durchgeätzt. Allerdings läuft das Loch nach unten hin sehr spitz zu und am oberen Lochrand sind Einbrüche in der Passivierung die zu kleineren Ausbuchtungen führen, zu beobachten. Hier liegt also das größte Verbesserungspotential.



**Bild 17: SEM-Aufnahme Optimierungsversuch 1 – Durchätzen des Wafers**

### 3.7.2 Variation der Drosselklappenstellung

Ausgehend vom ersten Optimierungsversuch, der zeigt, dass das Durchätzen eines 500 µm Wafers mit diesem Ansatz möglich ist, wurde der zweite Optimierungsversuch geplant. Hierzu wurde nach der Einstellung gesucht, die eine Aufweitung am Strukturboden hervorruft. Nach Tabelle 14 führt eine weniger geschlossene Drosselklappe zu einem weiteren Bodenprofil (signifikanter Effekt von 1,58 auf einer Skala von 1 bis 3). Auch der Vergleich mit den SEM-Aufnahmen von Versuch 8, geätzt nach Rezept 8, bei dem allerdings auch Sauerstoff hinzugegeben wurde, bestätigte dies. Laut den Ergebnissen der statistischen Versuchsplanung (Tabelle 14) waren durch ein Öffnen der Drosselklappe (Faktor A verkleinern) folgende Auswirkungen im Ätzverhalten zu erwarten:

- Sinken der ER, da die Ätztiefe mit der Drosselklappenstellung korreliert
- Aufweiten des größten Durchmessers

- Vermehrter Resistabtrag
- Sinken des AR
- Abnahme des Bowings
- Abnahme der Passivierung allgemein
- Zunahme der Passivierung an der Lochoberseite (könnte ebenfalls die Passivierungseinbrüche beim ersten Optimierungsversuch reduzieren)

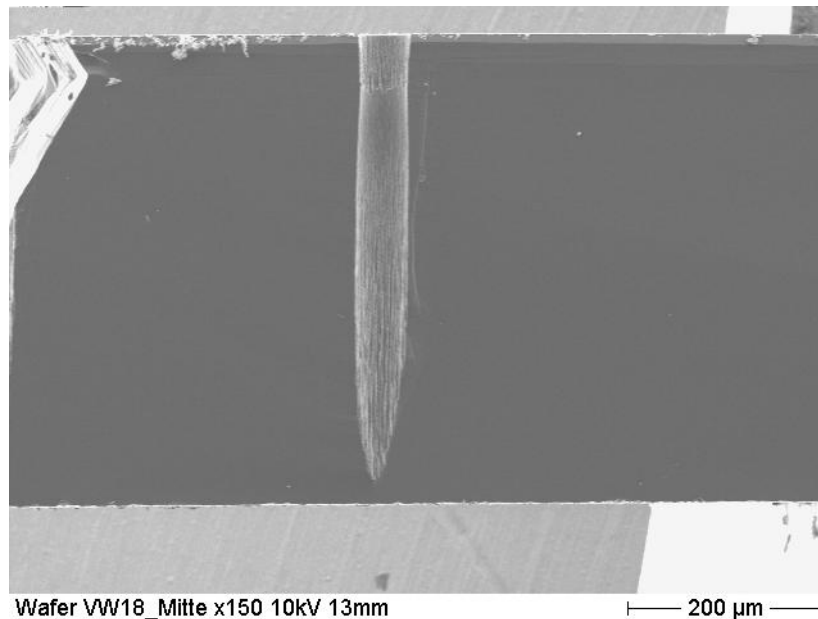
Ausgehend vom Rezept des ersten Vorversuches wurde die Drosselklappenstellung variiert, um bei einem verbesserten Bodenprofil die ER nicht zu weit abzusenken. Dabei wurde von folgenden Überlegungen asugegangen:

1. 180 Minuten Prozessdauer (inkl Warten) bei 82% Drosselklappenstellung. Dies entspricht Rezept 12 und sollte in einer Ätztiefe von 330  $\mu\text{m}$  resultieren.
2. 45 Minuten Prozessdauer bei 70 % Drosselklappenstellung, um das Profil an Lochboden aufzuweiten. Das entspricht rechnerisch einer Ätztiefe von zusätzlich 54  $\mu\text{m}$  (gesamt 384  $\mu\text{m}$ ), wobei als Schätzung die ER von 216 $\mu\text{m}$ /3Stunden aus Versuch 8 Rezept 15 herangezogen wurden.
3. 90 Minuten Prozessdauer bei 82% Drosselklappenstellung, um die ER zu erhöhen. Hierbei sollten weitere 123  $\mu\text{m}$  (gesamt 507, Ätztiefe erreicht werden (Schätzung der ER aus Optimierungsversuch 1)
4. 45 Minuten bei 70% Drosselklappenstellung, um am Lochboden einen großen Durchmesser zu erzielen.

Dies ergibt theoretisch eine Tiefe größer 500  $\mu\text{m}$ . Unter Annahme einer mit der Tiefe sinkenden ER, erscheint die Schätzung jedoch realistisch.

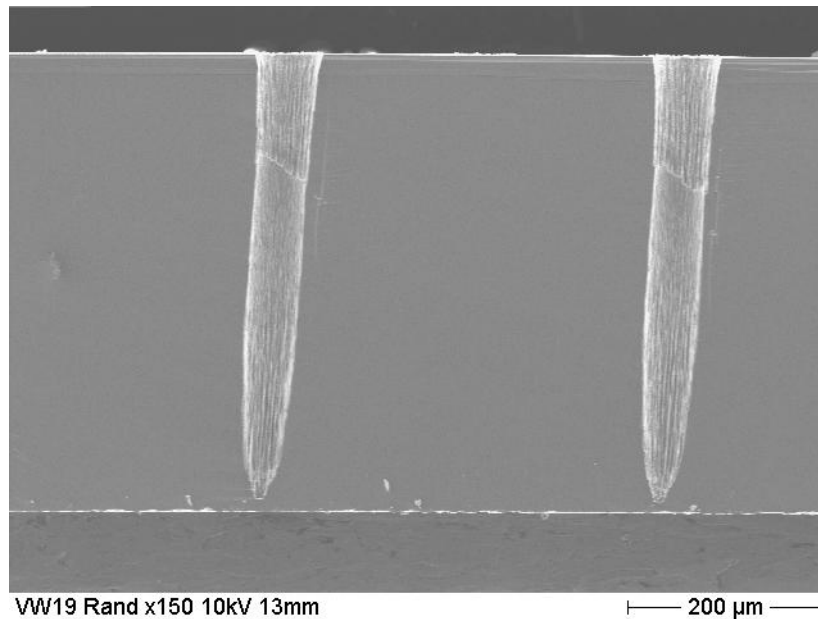
Allerdings war auch nach diesem 6 stündigen Prozessablauf der Wafer noch nicht durchgeätzt, so dass weitere 45 Minuten Prozesszeit bei einer Drosselklappenstellung von 70% durchgeführt wurden. Danach war jedoch die Resistmaske abgetragen und das Experiment wurde beendet. Bild 18 zeigt eine SEM-Aufnahme des gespaltenen Wafers. Bis zum Erreichen der Waferunterseite fehlen noch zwischen 22,6 und 48,9  $\mu\text{m}$ . Der gewünschte Effekt eines breiteren Bodenprofils konnte jedoch nicht erzielt werden. Dies gibt Hinweise darauf, dass Prognosen für tiefere Löcher mit den Ergebnissen der Versuche schwer zu stellen sind. Scheinbar nimmt die ER mit der

Drosselklappenstellung sehr stark ab. In Verbindung mit einem erhöhten Resistabtrag wird ein Durchätzen mit der geprobten Kombination unmöglich.



**Bild 18: SEM-Aufnahme Optimierungsversuch 2 - Alternierende Drosselklappeneinstellung**

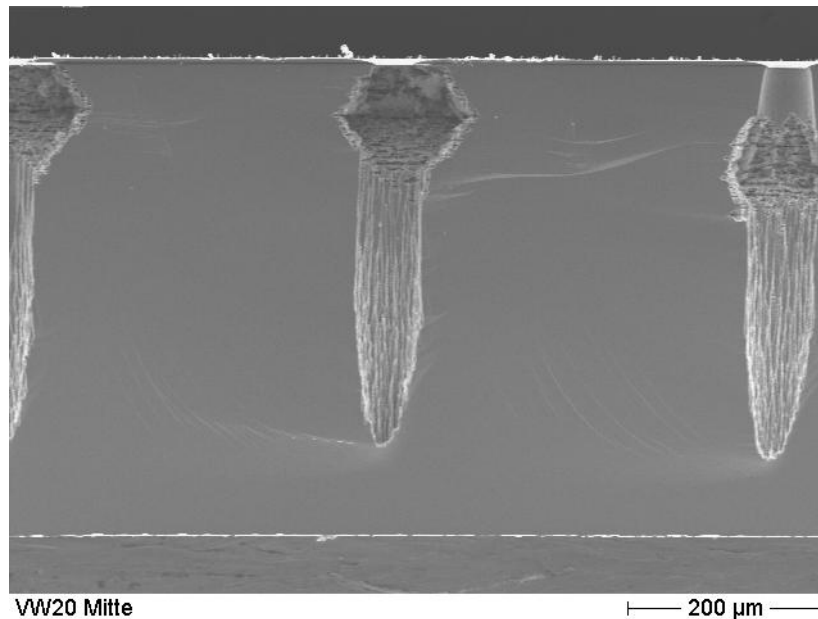
Im Optimierungsversuch 3 wurde zunächst 4,5 Stunden mit einer Drosselklappenstellung von 82% geätzt. Hierdurch sollte möglichst tief geätzt werden, ohne dabei die Resistmaske zu stark zu beanspruchen. Anschließend sollte mit einer Drosselklappenstellung von 70% durch den Wafer geätzt werden, um ein möglichst gutes Bodenprofil zu erzielen. Allerdings reichte auch eine Gesamtprozesszeit von 9 Stunden nicht aus, um die Löcher bis zur Unterseite des Wafers zu ätzen. Der Prozess musste vorher beendet werden, da die Resistmaske vollständig abgetragen war. Die Prozesszeit kann aber ohnehin als unökonomisch betrachtet werden. Bild 19 zeigt eine SEM-Aufnahme des resultierenden Profils. Die Neigung der Locher ist hierbei vermutlich durch eine Verzerrung der Wiedergabe bedingt. Auch hier fehlen nur noch wenige  $\mu\text{m}$  bis zum Durchbruch. Es ist aber wie beim vorhergehenden Optimierungsversuch ein spitz zulaufendes Bodenprofil zu erkennen. Hieraus kann geschlossen werden, dass in Äztiefen größer als 300  $\mu\text{m}$  ein weiteres Öffnen der Drosselklappe nicht zu einem breiten Bodenprofil führt, jedoch den Resistabtrag stark beschleunigt.



**Bild 19: SEM-Aufnahme Optimierungsversuch 3 - Drosselklappe 4,5 Stunden auf 82% dann auf 70%**

Wie die vorhergehenden Versuche zeigen, hat die Drosselklappenstellung eine sehr große Auswirkung auf die ER und den Resistabtrag. Sie wirkt über den Druck auf das Ätzprofil. Bei den vorliegenden Versuchen korrespondierte ein hoher Druck (Drosselklappenstellung von 82%) mit einer hohen ER und geringerem Resistabtrag. Da in den Versuchen nach statistischem Versuchsplan 82% die maximale Drosselklappenstellung war, stellt sich die Frage, wie sich das Ätzprofil bei einer höheren Einstellung verhält. Eventuell können weitere Verbesserungen bezüglich Profil und besonders ER erzielt werden. Hierzu wurde die Drosselklappe auf 85,5% eingestellt. Dies entspricht einem Druck von 55 mTorr während des Ätzschrittes (im Vergleich zu ca. 40 mTorr bei 82%). Ansonsten wurden die Einstellungen wie bei Optimierungsversuch 1 beibehalten. Der Wafer wurde über eine Zeit von 7,5 Stunden (inklusive Warten) prozessiert, gespalten und anschließend im SEM abgebildet. Bild 20 zeigt deutlich den starken Passivierungseinbruch am oberen Ende des Loches. Dieser Effekt war bereits in sehr schwacher Form beim Optimierungsversuch 1 zu sehen, bei dem es kleine Passivierungseinbrüche gab. Eine mögliche Erklärung hierfür ist, dass wegen der, durch zunehmende Kollisionen der Ionen, verbreiterten Ionenwinkelverteilung, die Ionen vermehrt in die Seitenwand an der Lochoberseite einschlagen, hier die Passivierung erodieren und so ein Ätzen in diesem Bereich beschleunigen. Interessant ist besonders, dass die Tiefe, an der diese Erosion erfolgt, zu variieren scheint (rechtes Loch in Bild 20). Das Experiment zeigt, dass die Festlegung der oberen Stu-

fe des Einflussfaktors A sinnvoll war. Eine weitere Erhöhung führt nicht mehr zu einem monotonen Ätzverhalten hinsichtlich der Zielgrößen.

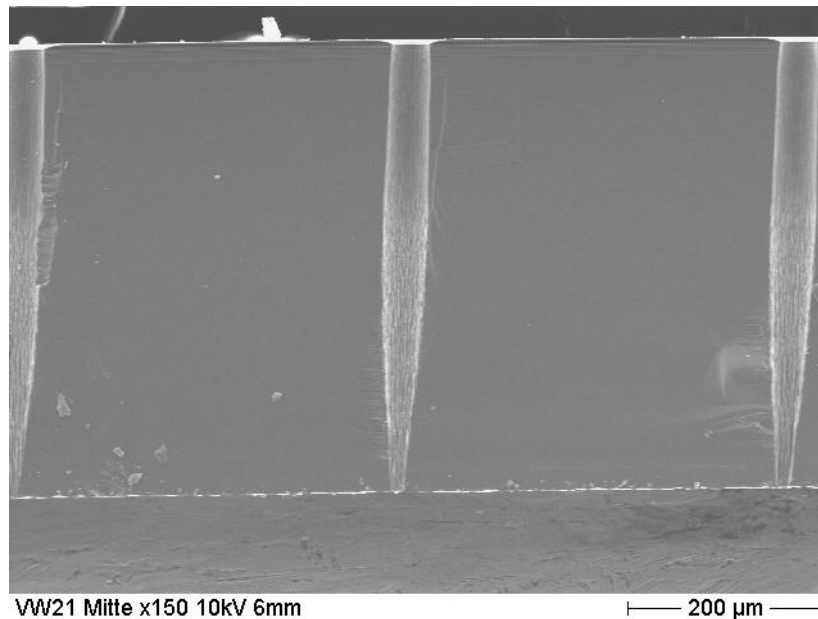


**Bild 20: SEM-Aufnahme Optimierungsversuch 4 - Drosselklappe bei 85,5% (Ätzdruck 55 mTorr)**

### 3.7.3 Erhöhung der ICP-Leistung

Einen anderen Ansatzpunkt zur Verbesserung des Ätzverhaltens bietet die Erhöhung der ICP-Leistung. Diese Möglichkeit wurde in den Versuchen nach statistischem Versuchsplan wegen der zu starken Erhitzung beim Vorversuch nicht untersucht. Bei einem Anstieg der ICP-Leistung ist wegen der erhöhten Leistungseinkopplung in das Plasma eine Zunahme der Radikal- und Ionendichte zu erwarten. Hierdurch kann der Ätzvorgang beschleunigt werden und wegen des höheren Ionenstromes ist eine Aufweitung des Bodenprofils möglich. Ausgehend vom Rezept des Optimierungsversuches 1 wurde für diesen Versuch die ICP-Leistung von 600 W auf 800 W während des Ätz- und Depositionsschrittes erhöht. Gleichzeitig wurden die Abkühlpausen verlängert, so dass einer Minute Ätzen und Deponieren eine Minute Pause gegenüberstand. Die gemessene Wafertemperatur stieg während der 6 Stunden und 10 Minuten Prozesszeit (inklusive Warten) nicht höher als 44,2°C. Nach dieser Zeit wurde der Prozess abgebrochen, da der Heliumfluss der Rückseitenkühlung die maximale Toleranz überschritten hatte. Bild 21 zeigt eine SEM-Aufnahme des resultierenden Profils. Wie beim ersten Optimierungsversuch reichte eine Gesamtzeit von ca. 6 Stunden für das Durchätzen aus, wobei bei diesem Prozess die Hälfte der Zeit im Warten für das Abkühlen bestand. Leider ist auch hier ein deutliches Zulaufen des Loches zur Waferrückseite hin zu beobachten, so dass der Durchmesser der Löcher

unten nur circa 12,7  $\mu\text{m}$  betrug. Eine weitere Erhöhung der ICP-Leistung erscheint aber auf Grund der Erhitzung und daraus resultierender Wartezeiten nicht sinnvoll.



**Bild 21: SEM-Aufnahme Optimierungsversuch 5 - ICP-Leistung bei 800W**

### 3.7.4 Zusammenfassung

Die Optimierungsversuche haben gezeigt, dass auch das Durchätzen eines 500  $\mu\text{m}$  dicken Silizium-Wafers möglich ist (Abschnitt 3.7.1). Hierbei ist jedoch eine deutliche Verringerung des Lochquerschnittes zum Lochende hin zu beobachten (Bild 17). Zur Verbesserung des Profils wurde versucht, die Drosselklappenstellung zu variieren (Abschnitt 3.7.2). Hinweise, dass dies zum gewünschten Erfolg führen könnte, ergaben sich auf den Ergebnissen des statistischen Versuchsplanes (Abschnitt 3.6.4). Allerdings scheinen sich diese Ergebnisse nicht bis in beliebige Tiefen anwenden zu lassen, da hier andere Effekte vermehrt zum Tragen kommen. Alternativ wurde in Abschnitt 3.7.3 die ICP-Leistung erhöht, um die Radikal- und Ionendichten zu erhöhen. Hierbei wurde bei einer Ätz-Depositionszeit von 3 Stunden und 5 Minuten der 500  $\mu\text{m}$  dicke Wafer bei spitzzulaufendem Profil durchgeätzt. Wegen der stärkeren Erwärmung bei dieser Einstellung mussten allerdings Pausen eingehalten werden, die der Länge der eigentlichen Prozesszeit entsprochen. Eine bessere Kühlung könnte hier Abhilfe schaffen.

In den Versuchen nach statistischem Versuchsplan wurde bereits gezeigt, dass eine Ätztiefe von 330  $\mu\text{m}$  mit einem guten Profil (Bild 12) geätzt werden kann. Ein Durchätzen eines 300  $\mu\text{m}$  Wafers, wie ursprünglich gefordert, sollte folglich keine Probleme bereiten.

## 4 Zusammenfassung und Ausblick

Die vorliegende Arbeit stellt dar, wie aufbauend auf theoretischen Kenntnissen von Plasmaätzprozessen erfolgreich ein „Gas Chopping“ Prozess zum Ätzen von Through-Wafer-Via-Holes mit einem Durchmesser von 30  $\mu\text{m}$  entwickelt wurde. Hierzu wurde die Methode der statistischen Versuchsplanung eingesetzt, da diese bei einer minimalen Versuchsanzahl maximalen Erkenntnisgewinn ermöglicht. Ausgehend von direkt einstellbaren Anlagenparametern wurde ein Modell zur Prognose wichtiger Profilparameter erstellt, das auch für die Entwicklung anderer Prozesse verwendet werden kann.

Kapitel 2 gibt zunächst einen Überblick über Ätzprozesse, die zum Ätzen von hohen AR bei Halbleitern, speziell bei Silizium, angewendet werden. Hierbei werden kurz die wichtigsten Methoden aus den Bereichen Nass- und Trockenätzen dargestellt. Der Fokus der Betrachtung liegt auf den Mechanismen, die in Zukunft zu einer Begrenzung des maximal erreichbaren AR führen könnten. Hierzu wurde eine umfassende Literaturrecherche durchgeführt, deren Kernergebnisse in dieser Arbeit dargestellt werden.

Insgesamt kann festgestellt werden, dass alle derzeit in der Literatur beschriebenen Modelle, die eine Begrenzung des maximal erreichbaren AR prognostizieren, sich auf bestimmte Prozesseinstellungen beziehen. Keiner der Autoren konnte überzeugend aufzeigen, wo eine allgemein gültige physikalische (oder technologische) Grenze liegt oder zu erwarten ist. Trotzdem ist die eine solche Grenze, die sich nicht durch Parametervariation oder Prozessinnovationen umgehen lässt, zu erwarten.

Tabelle 3 gibt eine Übersicht über die bisher, mit den verschiedenen Ätzverfahren erreichten AR und die, in der Literatur dargestellten, theoretischen Grenzen. Da beim Neutralteilchenstrahl-Ätzen bereits sehr hohe AR erreicht wurden, ist diese Methode perspektivisch am vielversprechendsten. Derzeit ist sie allerdings nur für Strukturen im Nanometerbereich und auf kleinen Flächen anwendbar.

Aufbauend auf den bisher bekannten dargestellten theoretischen Ansätzen (Kapitel 2) erfolgte die Prozessentwicklung wie in Kapitel 3 dargestellt. Hierfür stand insgesamt ein Los von 25 Siliziumwafern zur Verfügung. Die ermöglichte einem statistischen Versuchsplan mit 16 Versuchen. Nach den Vorüberlegungen wurden zunächst Vorversuche durchgeführt, anhand derer die Auswahl der zu untersuchenden Einflussfaktoren und sinnvollen Grenzen erfolgte. In den Versuchen nach fraktionellem



2<sup>(5-1)</sup>-Versuchsplan wurden die Einflussfaktoren Drosselklappenstellung, SF<sub>6</sub>-Gasfluss, O<sub>2</sub>-Anteil, Verhältnis von Ätz- zu Depositionszeit und Bias-Spannung untersucht. Der Einfluss der Einzelfaktoren und der ihrer Wechselwirkungen auf die Zielgrößen Ätztiefe in Silizium, Gesamtätztiefe, größter Lochdurchmesser, Resist- und Siliziumoxidabtrag, AR, Uniformität, maximal erreichte Temperatur während des Ätzprozesses, „Bowling“, Passivierung, Passivierung an der Lochoberseite, Bodenprofil und Gesamteindruck wird durch die Effekte in Tabelle 14 wiedergegeben. Hier wurden auch die Ergebnisse der Signifikanztests bei den Signifikanzniveaus 95%, 90% und 80% vorgestellt.

Bei den Versuchen zeigte sich, dass die Drosselklappeneinstellung der bei weitem wichtigste Parameter ist. Die Variation dieser Einstellung zeigte bei den meisten Zielparametern (Ätztiefe im Silizium, Maskenabtrag, AR und Bodenprofil) Auswirkungen auf einem Signifikanzniveau von 95%. Die Drosselklappenstellung wirkt stark über den sich einstellenden Druck und die Verweilzeit auf Plasmaparameter wie Ionen- und Neutralteilchendichte, Ionenenergie und -winkelverteilung. Die Uniformität wird hingegen durch die Wechselwirkung von Zeitverhältnis  $\beta$  und O<sub>2</sub>-Anteil signifikant beeinflusst. In Abschnitt 3.6.5 wurden die physikalischen Wirkungsweisen anhand der Literatur diskutiert. Desweiteren wurde ein Modell zur Prognose der Zielparameter innerhalb der Parametervariationen aufgestellt. Dieses Modell kann ebenso wie die restlichen Ergebnisse für die Entwicklung zukünftiger Prozesse eingesetzt werden.

Obwohl bereits die Versuche nach statistischem Versuchsplan größere Ätztiefen als gefordert erreichten, wurden Optimierungsversuche durchgeführt. In ihnen wurde gezeigt, dass auch das Durchätzen eines 500  $\mu\text{m}$  Wafers mit den dargestellten Methoden erreicht werden kann. Als Ergebnis zeigten sich immer Profile mit zulaufenden Spitzen. Eine weitere Optimierung war jedoch nicht notwendig, da das Ziel einer Ätztiefe von 300  $\mu\text{m}$  mit einem guten Profil bereits erreicht worden war.

In den Versuchen zeigten sich auch die Grenzen der Anlage. Besonders eine lange Prozesszeit ist sehr nachteilig und vermindert die Wirtschaftlichkeit des Prozesses. Die Prozesszeit ist neben der ER ist durch die Wartezeiten im Prozess bedingt. Solche Wartezeiten wurden im vorliegenden Fall eingeführt, um ein übermäßiges Erwärmen des Wafers zu verhindern, da eine erhöhte Wafertemperatur den Maskenabtrag beschleunigt. Ein verbessertes Kühlsystem könnte diesbezüglich viel Prozesszeit einsparen und in Zukunft den Durchsatz erhöhen. Auch eine weitere die ICP-

Leistung könnte dann gesteigert werden, wodurch sich der Ätzprozess nochmals beschleunigen ließe. Auch eine weitere Verbesserung des Ätzprofils in größeren Tiefen ist auf diese Weise wahrscheinlich.

## Anhang – Eigene Veröffentlichungen

- “Use of self actuating and self sensing cantilevers for imaging biological samples in fluid”  
erscheint in “Nanotechnology”  
zur Publikation akzeptiert am 27. Juli 2009
- “Development of a plasma etching process for vertical interconnections using DoE”  
erscheint beim 54. Internationalen Wissenschaftlichen Kolloquium der Technischen Universität Ilmenau (10. September 2009)

## Use of self actuating and self sensing cantilevers for imaging biological samples in fluid

GE Fantner<sup>1†</sup>, W Schumann<sup>2,3†</sup>, RJ Barbero<sup>4</sup>, A Deutschinger<sup>5</sup>,  
V Todorov<sup>6</sup>, DS Gray<sup>1</sup>, AM Belcher<sup>1,4</sup>, IW Rangelow<sup>3</sup> and K  
Youcef-Toumi<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Massachusetts Institute of Technology, Department of Materials Science and Engineering, Cambridge MA 02139, USA

<sup>2</sup> Massachusetts Institute of Technology, Department of Mechanical Engineering, Cambridge MA 02139, USA

<sup>3</sup> Ilmenau University of Technology, Department of Electrical Engineering and Information Technology, Ilmenau 98693, Germany

<sup>4</sup> Massachusetts Institute of Technology, Department of Biological Engineering, Cambridge MA 02139, USA

<sup>5</sup> Vienna University of Technology, ISAS - Institute for Sensor- and Actuatorsystems, Vienna, A-1040 Austria

<sup>6</sup> Techproject, Vienna, A-1230, Austria

<sup>†</sup> *GEF and WS contributed equally to this work*

E-mail: [fantner@mit.edu](mailto:fantner@mit.edu)

### Abstract.

In this paper, we present a detailed investigation into the suitability of Atomic Force Microscopy (AFM) cantilevers with integrated deflection sensor and micro actuator for imaging of soft biological samples in fluid. The Si cantilevers are actuated using a micro heater at the bottom end of the cantilever. Sensing is achieved through p-doped resistors connected in a Wheatstone bridge. We investigated the influence of the water on the cantilever dynamics, the actuation and the sensing mechanisms, as well as the crosstalk between sensing and actuation. Successful imaging of yeast cells in water using the integrated sensor and actuator shows the potential of the combination of this actuation and sensing method. This constitutes a major step towards the automation and miniaturization required to establish AFM in routine biomedical diagnostics and *in vivo* applications.

## 1. Introduction

Imaging a wide variety of samples with nanometer resolution and in a broad range of environments (vacuum, air, fluids) is a unique feature of the Atomic Force Microscope (AFM). Its uses range from imaging hard samples with sub-nanometer resolution, for example in process control and semiconductor fabrication [1, 2, 3], to imaging very soft samples in life sciences [4, 5, 6, 7]. Especially in areas where samples can be imaged in air or vacuum, AFM has become an established technique. Instrument automation has allowed high quality AFM images to be taken even by inexperienced or infrequent users [8]. AFM has also yielded many medically relevant results in a research setting [5, 9, 10, 11] on living organisms or tissues. The use of AFM on such soft biological samples in liquid, however, demands a much higher skill level from the user. This has prevented a broader use of AFM in the life sciences and medical diagnostics. A higher level of system integration, miniaturization and automation has to be developed to make AFM measurements feasible in a routine clinical setting. In this paper, we report on the use of self actuated, self sensing AFM cantilevers on biological samples in liquid. These cantilevers allow easier system integration and miniaturization, provide better controllability and offer the potential for full automation.

Cantilever technology and micro-fabrication have been key driving forces for the success of AFM and its diverse use [12]. Batch processing allowed the fabrication of cantilevers with a wide variety of stiffnesses and resonance frequencies, which are specially designed for specific applications [13, 14, 15, 16]. Cantilevers developed for imaging in vacuum and air generally have a higher resonance frequency and spring constant ( $f_0^{air} \approx 40 \text{ kHz} - 400 \text{ kHz}$ ,  $k \approx 1 - 80 \text{ N/m}$ ). Cantilevers designed for operation in fluid and on soft samples generally have a lower resonance frequency and spring constant ( $f_0^{air} \approx 10 \text{ kHz} - 30 \text{ kHz}$ ,  $k \approx 0.01 - 0.5 \text{ N/m}$ ). The most common method to detect the cantilever deflection uses a laser beam reflected from the back of the cantilever as an optical lever [17, 18]. This method allows atomic resolution imaging [17, 19] and force detection with very low noise [20, 21], but it requires a relatively large number of additional components such as a laser, optics and detectors which require space and alignment. To circumvent the need for these components, cantilevers with integrated sensors have been developed [22]. Advances in micro-fabrication have also allowed the integration of actuators directly on the cantilever, either through piezo electric actuation [23], magnetic actuation [24, 25, 26, 27], mechano-thermal actuation [28] or Lorentz actuation [29]. The direct actuation reduces the need for external piezo actuators and increases the cantilever actuation speed and precision [30, 31]. Previous sensor and actuator designs have been deemed not suitable for actuation in water due to the interaction of the actuation and sensing mechanisms (with the exception of magnetic and Lorentz actuation which can only be used for exciting the cantilever in resonance). To our knowledge, integration of deflection sensing in combination with magnetic or Lorentz actuation is problematic and has not yet been achieved. In this paper, we use

### *Use of self actuating and self sensing cantilevers in fluid*

3

AFM cantilevers with a low voltage thermo-mechanical actuator and piezoresistive deflection sensors for imaging biological samples in water. This combination of actuation and sensing within one cantilever compatible with imaging in fluid constitutes a major step towards miniaturization and automation of AFM to be used in routine clinical diagnostics or *in vivo* AFM [8].

## **2. Materials and Methods**

### *2.1. Cantilever, readout and actuation*

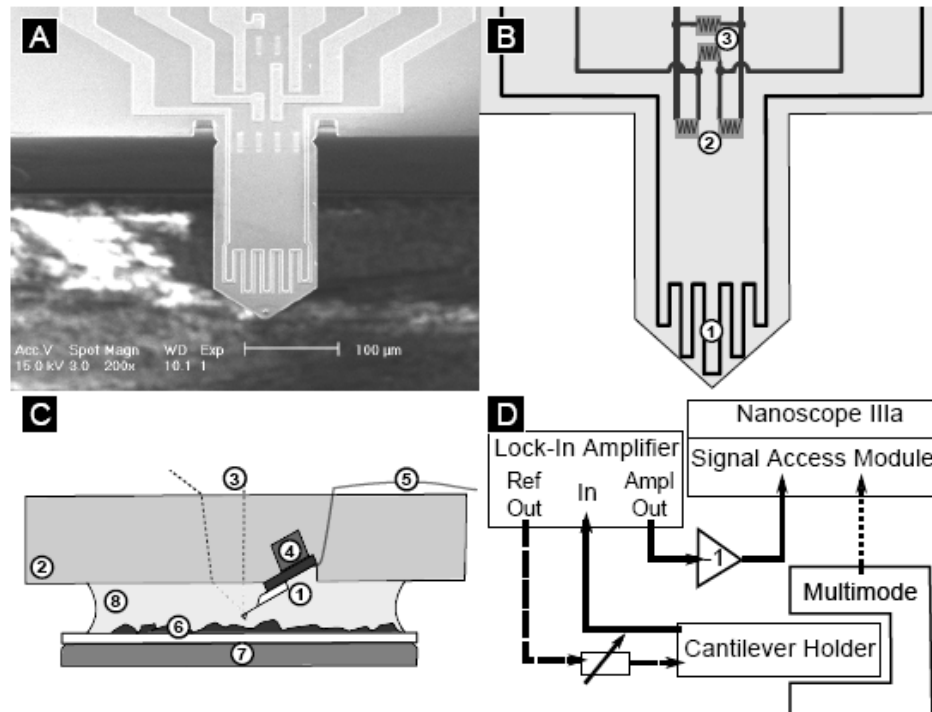
For all experiments in this work, we used cantilevers with integrated thermal drive and resistive readout. The fabrication method is described by Linnemann et al. [16], Ivanov et al. [32] and Pedrak et al. [28]. Figure 1A shows a SEM-image of the silicon cantilevers with thermal heating loops made up of gold near the tip and piezoresistive elements on the cantilever base. The cantilever tip was an isotropically etched Si tip with a height of ca. 4  $\mu\text{m}$ . Two types of cantilevers were used: The first type, as shown in Figure 1B, has a full Wheatstone bridge on the cantilever chip. Two of the bridges resistors are located at the cantilever base sensing the cantilever motion. The other two resistors are situated at the chip. The second cantilever type has only one resistor on the cantilever base. All other resistors of the Wheatstone bridge are integrated in the readout electronics. The advantage of the full bridge integration is that the resistors in the Wheatstone bridge are better matched in value and need less offset to be applied to balance the bridge. Once the bridge was balanced, no significant performance difference was observed for our measurements. The cantilevers are 320  $\mu\text{m}$  in length, 110  $\mu\text{m}$  in width and 3-5  $\mu\text{m}$  in thickness and their spring constants vary between 2 and 11 N/m due to fabrication. Since the spring constant is essential in determining the cantilever suitability for imaging biological samples in water, we selected the cantilevers with the lowest spring constants for our experiments, regardless whether they had one resistor or four integrated resistors. The cantilever chips are wire bonded to a printed circuit support chip used for the electrical and mechanical connection. For most experiments in air and water, the cantilevers were uncoated. For the experiments described in section 2.3 and 3.3, the cantilevers were thinly coated in formvar. The cantilevers on the PC-board chip were then connected to a custom cantilever holder with integrated electronics and piezo stack. Figure 1 shows the setup that allows the excitation of the cantilever in resonance with either conventional tapping piezo or thermal actuation. The cantilever holder is made of acrylic and allows optical access for optical lever deflection. The cantilever motion detection can be changed from conventional optical readout to piezoresistive readout using a single switch.

### *2.2. Setup integration*

The cantilever holder is used in a Multimode AFM (Veeco Metrology) connected to a Nanoscope IIIa AFM controller with basic extender. The electronics in the holder

*Use of self actuating and self sensing cantilevers in fluid*

4



**Figure 1.** Active cantilever with integrated thermal actuation and piezoresistive readout. A: SEM-image of an active cantilever with integrated Wheatstone bridge. B: Schematic of the active cantilever with the thermal actuation (1) at the cantilever tip, two piezoresistors (2) detecting the cantilevers motion and the resistors (3) completing the Wheatstone bridge integrated on the chip. C: Schematic of the experimental setup for imaging in water: The active cantilever (1) is mounted on a Plexiglas holder (2) allowing the laser beam (3) necessary for conventional readout to pass. Excitation is possible either with the piezoactuator (4) glued into the Plexiglas holder or with the thermal actuation on the cantilever. All electrical connections (5) to and from the cantilever pass through the holder. The sample (6) is moved in x-, y- and z-direction by a piezotube (7). The water (8) is located between the cantilever holder and the sample. D: Schematic connection diagram for  $2\omega$  detection. Dashed line: thermal drive signal, dotted line: optical deflection signal, solid line: resistor deflection/amplitude signal.

supply a voltage of 2.046 V to the Wheatstone bridge. The bridge signal is amplified by an instrumentation amplifier (AD8250, Analog Devices) and further amplified by two 10x gain stages (AD8022, Analog Devices). The Wheatstone bridge is balanced by an offset added to the signal after the instrumentation amplifier.

In the standard setup the actuation signal is generated by the AFM controller (in our case a Nanoscope IIIa controller) running in tapping mode (intermittent contact mode) and accessed as a low voltage signal (in our case at the signal access module), see figure 1D. To control the current through the thermal actuator a variable resistor (50-250 Ohm) is connected in series. The piezoresistor signal coming from the readout electronics in the cantilever holder is inserted to the AFM controller and replaces the optical signal

### *Use of self actuating and self sensing cantilevers in fluid*

5

(in our case through the signal access module).

This setup allows the measurement of the deflection of the cantilever with the optical lever detection system as well as the piezo resistive sensor. In a direct comparison of the noise performance, the piezo resistive measurement showed a factor 4 more noise than the optical lever detection (the maximum noise power for the optical and the resistive sensing was  $0.6 \text{ pm}^2/\text{Hz}$  and  $2.4 \text{ pm}^2/\text{Hz}$  respectively).

#### *2.3. $2\omega$ excitation*

For the  $2\omega$ -drive (see section 3.3) an eLockIn 204 lock-in amplifier (Anfatec Instruments) is used to generate the excitation signal and measure the amplitude of the resistor signal at  $\omega$  and  $2\omega$  simultaneously (figure 1D). The signal from the readout electronics is low and high pass filtered by SIM 965 24 dB analog filters (Stanford Research Systems) as well as amplified by a SIM 980 summing amplifier (Stanford Research Systems) before it is processed in the lock-in amplifier. The Nanoscope IIIa controller was operated in contact mode, in order to use the PI feedback controller of the Nanoscope IIIa while performing the amplitude detection externally with the lock-in amplifier. In tapping mode, the control variable (the amplitude of the deflection signal) decreases when detecting an increase in topography. In contact mode, the control variable (the cantilever deflection) increases when detecting an increase in topography. Therefore, the amplitude signal from the lock-in amplifier was inverted before inserting into the signal access module as a deflection signal. During imaging, the deflection set-point (which acted as the inverted amplitude set-point) was chosen to be between -1 and -0.1V. For the experiments in water with  $2\omega$ -drive, we coated the active cantilevers in a 0.5% formvar solution in ethylene dichloride (electron microscopy sciences) to counteract bubble formation and electrostatic attraction of contaminants (see section 4).

#### *2.4. Immobilizing yeast cells on polylysine covered glass*

To increase adhesion between the yeast and the glass substrate, glass cover slips were coated with polylysine before depositing the yeast. Round glass coverslips were boiled in 0.2 M HCl for ten minutes to clean the glass. After HCl treatment, the coverslips were rinsed 5-6 times in distilled water. Then the coverslips were immersed in 0.05 mg/mL Poly-L-Lysine hydrobromide (Sigma part number: P1524), 10 mM Tris-HCl, pH 8.0 for 10 minutes. The coverslips were removed from the liquid and were dried overnight on end at room temperature. The coverslips were stored at room temperature and were used within one week.

*Saccharomyces cerevisiae* yeast cells (strain EBY100) were grown overnight at  $30^\circ\text{C}$  in yeast growth media (SD-CAA) to a concentration of roughly  $4.5 \text{ OD}_{600}/\text{mL}$  as described previously.[33] Cells were stored in the growth media at  $4^\circ\text{C}$  until the day of imaging. On the day of imaging, 1 mL of cells was removed and washed three times with distilled water. The cells were washed by centrifugation with subsequent removal of the



### *Use of self actuating and self sensing cantilevers in fluid*

6

supernatant. The remaining cells were then resuspended in fresh water. After the final wash, the cells were resuspended in 100  $\mu\text{L}$  of water and added to a polylysine-coated glass coverslip. The water was allowed to evaporate at room temperature (typically 1-2 hours of drying time). At this point there was a thick sheet of yeast cells on the coverslip. To remove the top layers of cells, the coverslip was washed with a micropipette and clean water. The coverslip was washed until the thick yeast layer was not visible by eye (typically requiring rinsing with 4-5 mL of water). After brief drying, the coverslip was ready for imaging on the AFM in water or in air.

### *2.5. Cross-linking yeast cells on AFM slides*

For imaging the yeast in fluid using both thermal actuation and resistive sensing, the yeast cells were cross-linked to increase adhesion and sample rigidity. *S. cerevisiae* were grown and washed as described above. After washing, the cells were resuspended in 100  $\mu\text{L}$  of 7.5% glutaraldehyde. 25  $\mu\text{L}$  of this mixture was added to a polylysine-coated glass coverslip and was allowed to dry. The coverslip could then be imaged in water or in air.

## **3. Results**

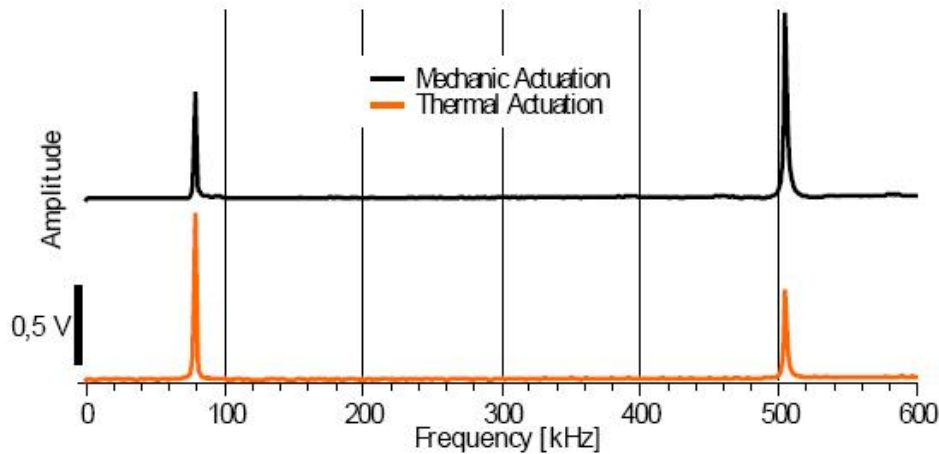
To investigate the suitability of the fully actuated cantilevers for imaging in fluid, we first established the achievable image quality on hard and soft samples in air. After this, we investigate the changes in imaging behavior and performance when the experiments are performed in fluid.

### *3.1. Measurements in air*

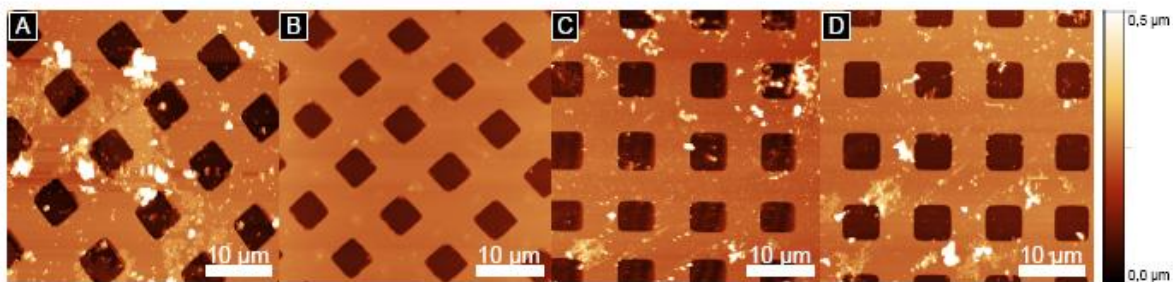
First we characterized the behavior and interactions of the two different actuation methods (mechanical excitation with an external piezo stack, and thermal actuation) and the two deflection readout methods (optical lever detection with laser and piezoresistive readout) when imaging in tapping mode (AC-mode) in air. Figure 2 shows the tuning curves of one of the actuated cantilevers when actuated using the external inertial drive and the internal thermal drive. The resonance behavior is nearly identical (the difference in the relative magnitude of the first and second eigenfrequency is most likely due to a different laser alignment between the two cases, which was necessary due to the constant pre-stress which is present in the case of thermal actuation). Figure 3 shows height images of a 10  $\mu\text{m}$  pitch calibration grating imaged with the four combinations of actuator and sensor. Figure 3A represents the standard mechanical actuation and optical lever sensing, whereas figure 3D represents thermal actuation and resistor sensing. The image quality of all four combinations are comparable, with a little better noise performance in the case of optical vs resistor deflection. The noise sources in the case of resistor deflection measurement consist of the intrinsic noise of the resistors in the Wheatstone bridge, the electromagnetic pickup in the Wheatstone bridge, the

*Use of self actuating and self sensing cantilevers in fluid*

7



**Figure 2.** Tuning curves in air recorded with optical lever detection using either external inertial excitation (black line) or internal thermal excitation (red curve). The difference in relative magnitude of the first and second eigenfrequency is most likely due to a different laser alignment.



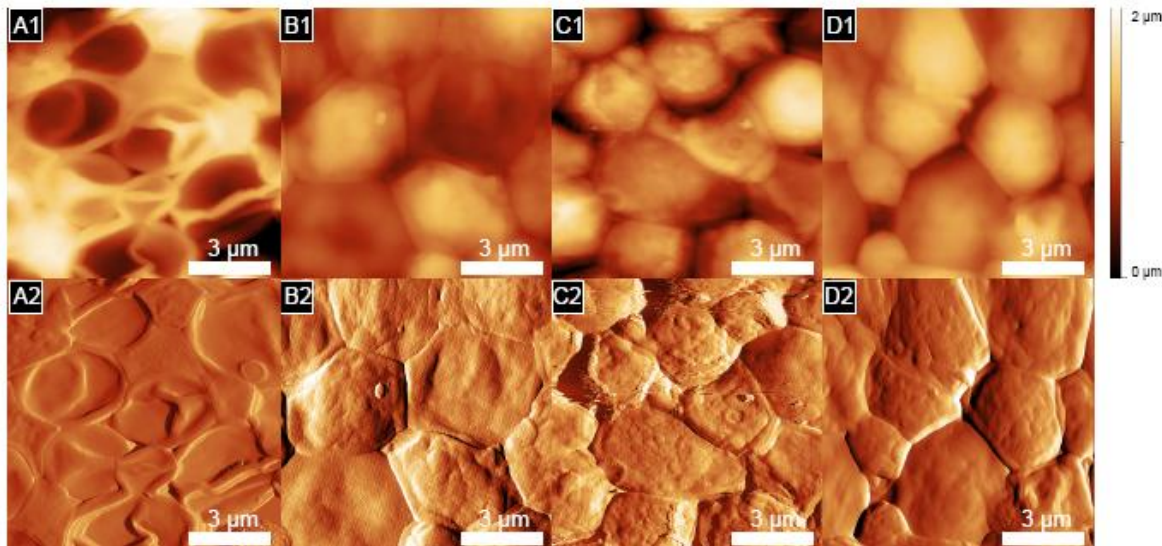
**Figure 3.** AFM images of a 10  $\mu\text{m}$  pitch calibration grating recorded in air using the four combinations of actuation and sensing. A: inertial drive and optical readout, B: inertial drive and resistor readout, C: thermal drive and optical readout, D: thermal drive and resistor readout. The resolution of the AFM image is comparable between all the methods, as can be seen from the fine features of the contamination on the grating.

supply and sensing wires as well as noise generated by the subsequent instrumentation amplifiers and gain stages.

Figure 4 shows tapping mode images of yeast deposited on a polylysine coated cover slip imaged in air. The differences in the appearance of the yeast in the four cases is mainly due to differences in the samples used for the different experiments. Figure 4A for example shows the yeast cells collapsed and exhibiting folds in the surface. We assume that this is due to differences in dehydration and lack of support from surrounding yeast cells. Figure 4B2 shows a periodic noise which is manifested in a striped pattern which can be attributed to 60  $\text{Hz}$  pickup from the AC supply onto the cantilever deflection signal. Figure 4C shows some imaging artifacts, which we contribute to increased adhesion of the tip with the sample at those locations. Not all

### *Use of self actuating and self sensing cantilevers in fluid*

8



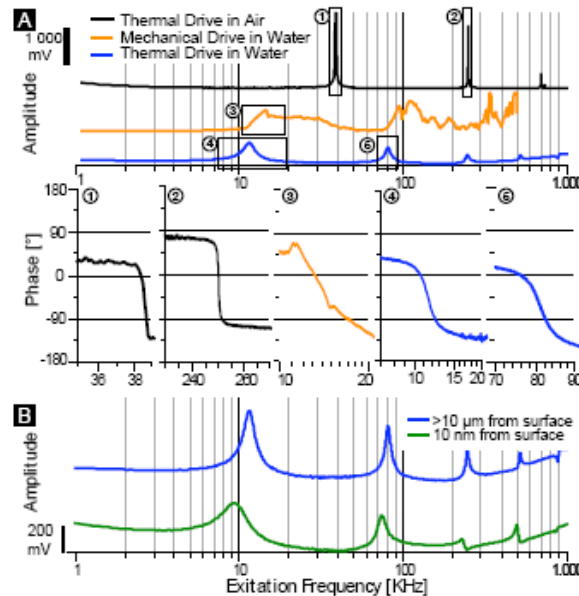
**Figure 4.** AFM images of yeast cells recorded in air, deposited on poly-lysine covered glass slides imaged with the four combinations of actuation and sensing. Image 1 represents the height data, image 2 represents the amplitude error. A1&2: inertial drive, optical readout, B1&2: inertial drive and resistor readout, C1&2: thermal drive and optical readout, D1&2: thermal drive and resistor readout. The surface morphology of the yeast cells can be resolved well. In the case of the resistor readout, an electrical interference from 60Hz induction causes a slight striped appearance in the amplitude images.

images in figure 4 were created with the same cantilever, which resulted in variations in stiffness and tip shape, which can also contribute to different adhesion between tip and sample. Overall, we concluded that the integrated actuator and sensor were suitable for imaging the cells in air, but the noise resolution was better in the case of optical detection attributed to the resistor readout, which in part can be contributed to the layout of the preamplifier board and the wiring.

### *3.2. Cantilever dynamics in fluid*

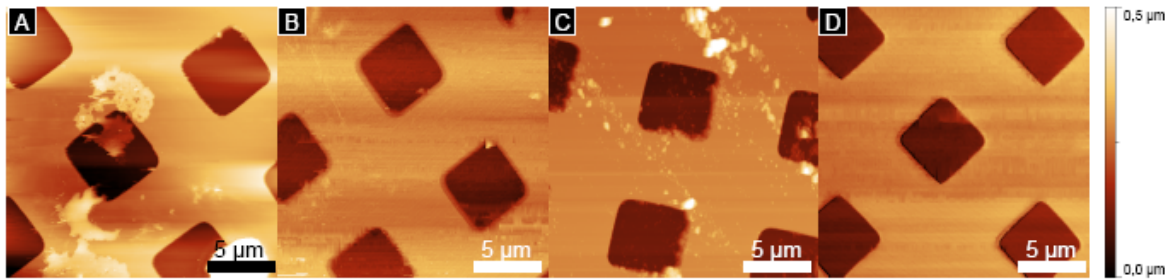
The dynamics of the cantilever in air are distinctly different from the dynamics in fluid [24, 34, 31, 35, 36, 37]. The two main differences important to tapping mode AFM imaging are the reduction in resonance frequency and Q-factor of the cantilever in fluid and the different mechanical coupling efficiencies of the tapping actuator to the surrounding medium. The latter is most significant in the case of inertial drive of the cantilever with an external tapping piezo. In air the coupling efficiency between the actuator (number 4 in figure 1C) to the cantilever chip (number 1 in figure 1C) is much more efficient than the coupling between the actuator and the surrounding air. The tuning curves in air therefore clearly show the resonance behavior of the cantilever and the curves for mechanical excitation and thermal excitation are nearly identical (figure 2 and the black curve in figure 5). When the cantilever is immersed in fluid, however,





**Figure 5.** Excitation of resonances of the active cantilever in air and water using external inertial drive and integrated thermal actuator. **A:** Amplitude curves of the cantilever excited with the thermal drive in air (black curve), the external inertial drive in water (orange curve) and the thermal drive in water (blue curve). The external inertial drive does not show clearly resolved resonance peaks, but rather a convolution of the resonances of the fluid cell and the resonance of the cantilever. The downward shift of the resonance peaks from air to water as well as the increased Q-factor is apparent between the black and the blue curve. The Q factors of the cantilever in air and water are ca. 100 and ca. 5, respectively). Phase transitions of selected resonances are plotted underneath the amplitude curve, showing the clean tuning curve in the case of the thermal actuator compared to the inertial drive. **B:** Amplitude tuning curves with thermal actuation retracted far from the surface (blue curve) and 10 nm off the surface (green curve). There is a notable shift of the resonance frequency to lower values as well as higher damping when the cantilever is close to the surface.

the coupling between the piezo actuator and the surrounding fluid becomes comparable to the coupling with the environment. Therefore the actuator excites many different resonances of the cantilever holder and the fluid, instead of exciting just the resonance of the cantilever. This results in the multitude of peaks in the tuning curve as shown in the orange curve figure 5A. This behavior has been thoroughly documented [34, 38] and several alternative actuation methods have been proposed to circumvent it, such as magnetic and Lorentz actuation[29, 25]. Here we show that the integrated thermal actuation is a well-suited method for exciting the cantilever at resonance in water, which is compatible with piezoresistive sensing. The blue curve in figure 5A shows clear resonances of multiple orders of the cantilever. When the cantilever is brought closer to the surface, damping between the cantilever and the surface increases and the resonance peak shifts further downward and decreases in Q-factor (figure 5B).



**Figure 6.** Images of 10  $\mu\text{m}$  pitch calibration grating recorded in water using the four combinations of actuation and sensing. A: inertial drive and optical readout, B: inertial drive and resistor readout, C: thermal drive and optical readout. D) thermal drive and resistor readout. Imaging was possible with all combinations. Low signal levels of the resistor signal resulted in a somewhat reduced image quality compared to the optical readout. Image D was recorded with excitation at half the resonance frequency while measuring the amplitude at the resonance frequency ( $2\omega$  drive).

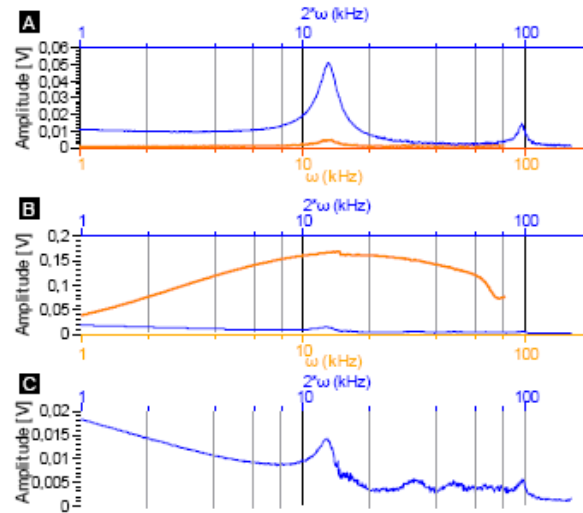
### 3.3. Imaging in water

Figure 6 shows tapping mode images of a 10  $\mu\text{m}$  pitch calibration grating in water with the active cantilevers using the four combinations of excitation and deflection readout. The thermal actuation used in figure 6C and D allows the exact determination of the resonance frequency and the appropriate tapping frequency. The detection using piezo resistors yielded less detail in the images due to the lower signal-to-noise ratio. This manifests itself in water more than in air because the frequency of the oscillation is less. Therefore, the time constant of the lock-in amplifier has to be increased in order to obtain stable amplitude detection, which reduces the detection bandwidth. When both the integrated thermal actuator and the integrated resistive sensing is used (figure 6D) increased electrical cross coupling between the actuator and the sensor distort the detection of the cantilever resonance to a degree that no suitable resonance is present in the spectrum. The cross coupling manifests itself in the deflection signal as a superposition of a scaled version of the drive signal onto the signal arising actually from the deflection of the cantilever. This cross coupling can completely dominate the signal at higher drive currents (which are required for excitation in water). One way to avoid this issue is to take advantage of the nature of the thermal actuator. Since the thermal actuator bends as a result of heating, the deflection ( $d(t)$ ) of the cantilever will be proportional to the power dissipated ( $P(t)$ ).

$$\begin{aligned}
 d(t, \omega) &\propto P(t) \\
 P(t, \omega) &= \frac{V(t)^2}{R} \\
 V(t, \omega) &= A_0 \sin(\omega t) + B \\
 P(t, \omega) &= \frac{A_0^2}{R} \left( \frac{1 - \cos(2\omega t)}{2} \right) + \frac{2A_0 B}{R} \sin(\omega t) + \frac{B^2}{R} \\
 d(t, \omega) &= \frac{1}{R} \left\{ \underbrace{2A_0 B \sin(\omega t)}_{\text{for excitation at } \omega_{n1}} - \underbrace{\frac{A_0^2}{2} \cos(2\omega t)}_{\text{for excitation at } \omega_{n1}/2} \right. \\
 &\quad \left. + \underbrace{\left( B^2 + \frac{A_0^2}{2} \right)}_{\text{for low frequency deflection}} \right\} \quad (1)
 \end{aligned}$$

$P(t, \omega)$ ...electrical power       $V(t, \omega)$ ...drive voltage  
 $R$ .....heater resistance       $A_0$ .....drive amplitude  
 $\omega$ .....drive frequency       $B$ .....DC-offset  
 $d(t, \omega)$ ...cantilever deflection       $\omega_{n1}$ .....first eigenfrequency of cantilever

Equation (1) shows that, for a voltage applied to the cantilever given by  $V(t, \omega) = A_0 \sin(\omega t) + B$ , the cantilever gets excited at the frequencies  $\omega$  and  $2\omega$ . This allows for the separation of the excitation signal and the detection signal in the frequency domain. When the constant offset  $B = 0$ , the  $\omega$  part of the excitation disappears and the cantilever will only be excited at  $2\omega$ . Any residual signal component at  $\omega$  will then be from electrical cross coupling and not from actual motion of the cantilever. Figure 5A shows the effectiveness of the  $2\omega$  drive. When excited at  $\omega$  and detected at  $\omega$  with  $B = 0$ , only a small peak can be seen at the resonance frequency at  $\approx 13 \text{ kHz}$  (orange curve in figure 7A). However, when exciting at  $\omega$  and detecting at  $2\omega$ , the first and second eigenfrequency of the cantilever can be seen clearly (blue curve in figure 7A). Figure 7B shows the same experiment with resistor readout of the deflection. When exciting and detecting the deflection at the same frequency, the coupling completely dominates the signal (as can be seen from the large amplitude of the orange curve). When exciting at  $\omega$  and detecting at  $2\omega$ , however, the cross coupling is drastically reduced and the resonance peak is clearly discernible (blue curve in figure 7B and C). Although the coupling has been reduced significantly, some residual cross coupling remains (as is evident from the presence of a non-zero amplitude below the resonance). We attribute this to two factors. First, the Q-factor of the cantilever resonance is low, the excitation of both the  $\omega$  as well as the  $2\omega$  term can be excited with a single excitation frequency. As a second factor we expect that the 3 dB point of the actuation bandwidth of the integrated cantilever is on the same order of magnitude as the cantilever resonance [30]. The cantilever will therefore also be deflected at frequencies below the resonance frequency.



**Figure 7.** Frequency sweep curves with thermal actuation in water with detection of the amplitude at the excitation frequency  $\omega$  and  $2*\omega$ . A: amplitude tune using optical detection. The orange curve represents the amplitude detected at  $\omega$ , when exciting at  $\omega$ . The blue curve represents the amplitude detected at  $2*\omega$  when exciting at  $\omega$ . B: amplitude tune using resistor detection. When detecting the amplitude at the same frequency as the excitation, the cross coupling dominates the tuning curve obscuring the resonance signal (orange curve). The curve detected at  $2*\omega$  is much less obscured, making the mechanical resonance detectable and usable for imaging. C: zoom in of the  $2\omega$  curve from part B.

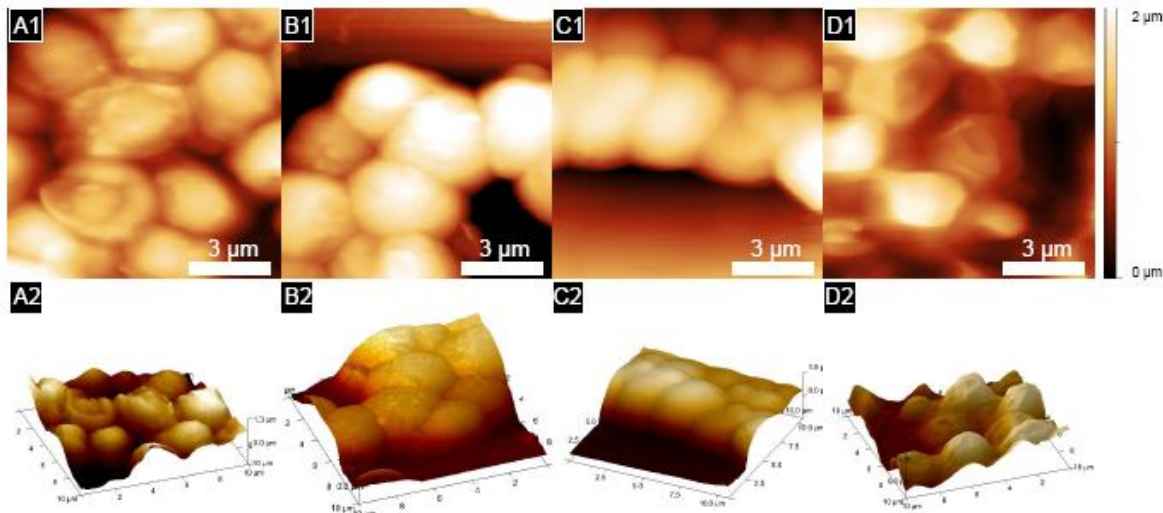
Figure 6D was recorded by exciting at  $\omega$  and using the amplitude of the resistor signal at  $2\omega$  as input to the PI feedback loop.

To see if the actuated cantilevers can be used for imaging soft biological samples in fluid, we imaged yeast samples rehydrated in water using the four combinations of actuation and sensing (figure 8). Acquiring images A-C of figure 8 required no significant modifications for the sample (compared to figure 4) or the imaging procedure (compared to figure 6A-D). This showed that the actuator as well as the sensor have enough stability and sensitivity to be operated on soft biological samples. In the case where both the integrated actuator and sensor were used (figure 8D), complications arose from excessive forces exerted on by the cantilever on the samples. We attribute these high force interactions to the remaining electrical coupling between actuation and sensing, which reduces the slope of the resonance peak below the resonance frequency (see figure 7C). This effect becomes more pronounced when the damping of the cantilever increases near the surface. This increased imaging force resulted in deformation and detachment of the yeast cells from the polylysine covered glass slides. We therefore changed the sample preparation by cross-linking the cells with glutaraldehyde. This increased the stiffness of the cells as well as their interconnectivity which made it possible to image the cells using both integrated sensing and actuation. This cross linking however might not be suitable for applications where it is important that the surface chemistry of the



*Use of self actuating and self sensing cantilevers in fluid*

13



**Figure 8.** Tapping mode images of yeast cells recorded in water imaged with active cantilevers and the four actuation/detection combinations. A: inertial drive and optical readout, B: inertial drive and resistor readout, C: thermal drive and optical readout. Image D: was recorded using thermal drive and resistor readout with  $2\omega$  drive (excitation at half the resonance frequency while measuring the amplitude at the resonance frequency). The upper row of images shows the height data, the lower row of images shows 3D representation of mixed height and amplitude data.

yeast is not altered.

#### 4. Discussion

The experimental data presented in this paper shows that active cantilevers with integrated thermal micro-actuator and resistive sensor can be operated in tapping mode in water. While the resistive sensing in our current cantilever design when used in fluid does not achieve the same noise levels as the optical lever detection, it is sufficient to image both hard and soft samples in fluid with good quality. We believe that the noise arises from the sensor itself as well as from the electronics and the wiring layout in our specific setup. Since it has been shown that piezoresistive readout of cantilevers in air can achieve equal performance to the optical lever detection, we are confident that future improvements in cantilever design and electronic layout will also decrease the noise of the detection mechanism when operated in fluid. The thermal actuation of the cantilever shows significant improvements for actuation in fluid compared to the external inertial drive with a tapping piezo. In some cases, uncoated cantilevers showed interaction with the water after prolonged use. In one case, bubble formation occurred on the cantilever when actuated. Three possible effects could be responsible for this: 1) outgassing of the cantilever due to heating, 2) cavitation or 3) electrolysis. We believe the latter to be responsible, but were unable to reproduce this effect. On one particular



sample (a heavily used calibration grating), material built up on the cantilever from the solution or sample. We speculate that this was due to electrostatic interactions of the contaminating material with the heater. Thorough cleaning of the calibration grating solved this, but it should be noted that some materials can be attracted to the cantilever. The exact mechanism and possible solutions are subject to ongoing investigation.

The cross coupling between actuation and sensing is the dominant problem when using both the integrated actuator and sensor for imaging in water. The excitation at  $\omega$  and detection at  $2\omega$  is a promising way to circumvent this problem, but two issues remain. When the cross coupling dominates the sensor signal and the actual deflection is only a small signal on the larger carrier wave, the gain of the preamplifiers are easily saturated without reaching the desired signal levels after the lock-in amplifier detecting at  $2\omega$ . The second issue is that the excitation at  $2\omega$  requires higher peak currents in the form of  $A_0$  (see equation 1). This could reduce the lifetime of the actuator. We therefore believe that reducing the cross coupling through cantilever and electronic design would be most desirable.

The cantilevers used in this study have resonance frequencies and spring constants optimized for operation in air. In a next generation cantilever, we will attempt to decrease the spring constant to below  $0.5 \text{ N/m}$  to make the cantilevers better suited for imaging soft biological samples. Another factor that contributed to the difficulty for accurate detection using both the integrated actuator as well as sensor is the low Q-factor of the resonance, especially when close to the surface. This is amplified by the low tip height of our cantilevers ( $\approx 4 \mu\text{m}$ ). Increasing the tip height in a new design will improve this.

## 5. Conclusion

In this paper we have performed tapping mode atomic force microscopy imaging in fluid using fully instrumented cantilevers that combine integrated thermal micro-actuators and piezoresistive deflection sensors. When using either the thermal actuator or the resistive sensor in combination with traditional sensor or actuator respectively, most commercially available AFM and feedback schemes can be used. When using both the integrated actuator and sensor at the same time, better performance is achieved when using the frequency doubling characteristic of the thermal actuator to actuate the cantilever with  $\omega$  and detect the amplitude at  $2\omega$  using a lock-in amplifier. Accurate imaging of rehydrated yeast cells shows the potential of this approach for making fully integrated active cantilevers designed specifically for imaging in fluid. Such cantilevers will significantly ease automation of biological AFM imaging in fluid and could contribute to extending the use of AFM to routine biomedical and medical diagnostic applications.

*Use of self actuating and self sensing cantilevers in fluid*

15

### **Acknowledgements**

The authors gratefully acknowledge the help of Pat Mc.Phail from Veeco Metrology Inc., Santa Barbara, CA and Vladimir Stavrov of NTS, Botevgrad, Bulgaria. This work was funded by the army research office Institute for Collaborative Biotechnologies, by the National Institute of Health under Award RO1 GM065354, by the Austrian Research Promotion Agency under award number VO156-08-BII: NSI-FABICAN. GEF is supported by a Schrödinger fellowship J2778-B12. WS is supported by a DAAD fellowship D/08/50444.

## References

- [1] Richard M S (ed) 2005 *The role of AFM in semiconductor technology development: the 65 nm technology node and beyond* vol 5752 (SPIE)
- [2] Tang Q, Shi S Q and Zhou L M 2004 *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* **4** 948–963
- [3] Sun X P, Zhang B L and Wang E K 2003 *Chinese Journal of Analytical Chemistry* **31** 1127–1130
- [4] Allen S, Rigby-Singleton S M, Harris H, Davies M C and O'Shea P 2003 *Biochem. Soc. Trans.* **31** 1052–1057
- [5] Dufrene Y F 2004 *Nat Rev Micro* **2** 451–460
- [6] Muller D J and Dufrene Y F 2008 *Nat Nano* **3** 261–269
- [7] Muller D J, Helenius J, Alsteens D and Dufrene Y F 2009 *Nat Chem Biol* **5** 383–390
- [8] Foster B 2009 *American Laboratory* **41** 11–13
- [9] Lekka M and Laidler P 2009 *Nat Nano* **4** 72–72
- [10] Bolshakova A, Kiselyova O and Yaminsky I 2004 *Biotechnology Progress* **20** 1615–1622
- [11] Parot P, Dufrêne Y F, Hinterdorfer P, Grmellec C L, Navajas D, Pellequer J L and Scheuring S 2007 *Journal of Molecular Recognition* **20** 418–431
- [12] Albrecht T R, Akamine S, Carver T E and Quate C F 1990 *Journal of Vacuum Science & Technology a-Vacuum Surfaces and Films* **8** 3386–3396
- [13] Lee K L, Abraham D W, Seord F and Landstein L 1991 *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures* **9** 3562–3568
- [14] Sadewasser S, Villanueva G and Plaza J A 2006 *Review of Scientific Instruments* **77** 073703
- [15] Lee D W, Ono T and Esashi M 2000 *Sensors and Actuators a-physical* 11–16
- [16] Linnemann R, Gotszalk T, Rangelow I W, Dumania P and Oesterschulze E 1996 *Journal of Vacuum Science & Technology B* **14** 856–860
- [17] Alexander S, Hellemans L, Marti O, Schneir J, Elings V, Hansma P K, Longmire M and Gurley J 1989 *Journal of Applied Physics* **65** 164–167
- [18] Putman C A J, Grooth B G D, Hulst N F V and Greve J 1992 *Journal of Applied Physics* **72** 6–12
- [19] Ohnesorge F and Binnig G 1993 *Science* **260** 1451–1456
- [20] Walters D A, Cleveland J P, Thomson N H, Hansma P K, Wendman M A, Gurley G and Elings V 1996 *Review of Scientific Instruments* **67** 3583–3590
- [21] Viani M B, Schaffer T E, Palocz G T, Pietrasanta L I, Smith B L, Thompson J B, Richter M, Rief M, Gaub H E, Plaxco K W, Cleland A N, Hansma H G and Hansma P K 1999 *Review of Scientific Instruments* **70** 4300–4303
- [22] Tortorese M, Barrett R C and Quate C F 1993 *Applied Physics Letters* **62** 834–836
- [23] Rogers B, York D, Whisman N, Jones M, Murray K, Adams J D, Sulchek T and Minne S C 2002 *Review of Scientific Instruments* **73** 3242–3244
- [24] Florin E L, Radmacher M, Fleck B and Gaub H E 1994 *Review of Scientific Instruments* **65** 639–643
- [25] Han W, Lindsay S M and Jing T 1996 *Applied Physics Letters* **69** 4111–4113
- [26] Lantz M A, O'Shea S J and Welland M E 1994 *Applied Physics Letters* **65** 409–411
- [27] Revenko I and Proksch R 2000 *Journal of Applied Physics* **87** 526–533
- [28] Pedrak R, Ivanov T, Ivanova K, Gotszalk T, Abedinov N, Rangelow I W, Edinger K, Tomerov E, Schenkel T and Hudek P 2003 *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures* **21** 3102–3107
- [29] Buguin A, Roure O D and Silberzan P 2001 *Applied Physics Letters* **78** 2982–2984
- [30] Fantner G, DJ B, Youcef-Toumi K, Belcher A and IW R 2009 *ASME Journal of Dynamic Systems Measurement and Control* in print
- [31] Herruzo E T and Garcia R 2007 *Applied Physics Letters* **91** 143113
- [32] Ivanov T, Gotszalk T, Grabiec P, Tomerov E and Rangelow I W 2003 *Microelectronic Engineering* **67-68** 550–556

*Use of self actuating and self sensing cantilevers in fluid*

17

- [33] Boder E T and Wittrup K D 2000 *Methods Enzymol.* **328** 430–444
- [34] Hansma P K, Cleveland J P, Radmacher M, Walters D A, Hillner P E, Bezanilla M, Fritz M, Vie D, Hansma H G, Prater C B, Massie J, Fukunaga L, Gurley J and Elings V 1994 *Applied Physics Letters* **64** 1738–1740
- [35] Jai C, Cohen-Bouhacina T and Maali A 2007 *Applied Physics Letters* **90** 113512
- [36] Maali A, Hurth C, Cohen-Bouhacina T, Couturier G and Aime J P 2006 *Applied Physics Letters* **88** 163504
- [37] Weisenhorn A L, Hansma P K, Albrecht T R and Quate C F 1989 *Applied Physics Letters* **54** 2651–2653
- [38] Putman C A J, Werf K O V d, Grooth B G D, Hulst N F V and Greve J 1994 *Applied Physics Letters* **64** 2454–2456

W. Schumann/ B. Volland/ I.W. Rangelow

## **Development of a plasma etching process for vertical interconnections using DoE**

### **ABSTRACT**

Vertical interconnects in silicon micro electro mechanical systems (MEMS) are needed to connect the front and backsides of silicon chips. The work describes a procedure to set up a deep reactive ion etching (DRIE) recipe of silicon for vias of a depth of more than 300  $\mu\text{m}$  with 30  $\mu\text{m}$  diameter. To obtain best results with a minimum of experiments the process development was done by Design of Experiments (DoE). It was found that the throttle valve position (determining the chamber pressure) is the most important parameter, followed the interaction of oxygen content and cycle ratio. Wafer temperature control is crucial for obtaining reproducible results, especially for recipes with considerable thermal load.

### **INTRODUCTION**

Vias are vertical electrical interconnects which connect the front and backsides of silicon chips or micro electro mechanical systems (MEMS). They are made by forming a hole through the wafer, subsequent isolation of the holes sidewall, and refill with a conductive material. Various techniques such as wet etching [1] and laser drilling [2] can be used to form the holes through the wafer. However plasma etching, and especially gas

chopping deep reactive ion etching, has shown to be a suitable tool for the etching of through wafer via holes with aspect ratios up to 17[3, 4]. One challenge of this method is the scaling of etching rate with increasing aspect ratios [5].

In contrast to many other publications, this paper does not focus on plasma parameters. Most of these parameters are interdependent, vary with many factors and are hard to adjust. The approach presented here starts from the directly adjustable variables of the etching recipe thus allowing better process manipulation by the operator.

This work was part of the PRONANO-Project that aims to develop a 2-dimensional fully addressable cantilever array on one VLSI NEMS-chip (Very Large Scale Integrated Nano Electro Mechanical System). This sensor will provide higher imaging throughput via real parallelization by individually actuated and sensed Scanning Probe Sensors. For this chip vertical interconnects are needed to arrange the cantilevers in quadratic arrays and to connect the sensors to the electronics. The depth of the holes needed to be more than 300  $\mu\text{m}$  with a diameter of 30  $\mu\text{m}$ . After etching the holes will be coated with silicon dioxide for dielectric isolation and refilled with poly-silicon.

The ideal hole has vertical smooth sidewalls without any sidewall erosion or bowing. Furthermore, the process has to provide a sufficient selectivity to photo resist and a good uniformity especially concerning etched depth, to ensure that all holes are etched through the wafer.

Plasma etching of silicon is a suitable fabrication technique for such holes. In this work a DRIE recipe applying a gas and bias chopping method was used. With this technique short sidewall passivation and etching cycles are alternated until the desired depth of etching is achieved [6-9]. The advantage of this technique is that it produces anisotropic structures with large aspect ratios at high selectivity to photo resist. Furthermore, due to the complex structure of this technique, about 10 to 12 parameters can be independently controlled.

It was decided to make a systematic approach by developing a DRIE recipe by means of design of experiments (DoE). These procedures ensure that the biggest quantity of reliable information is obtained from a minimum of experiments.

Due to the large number of process parameters, this task was divided into three parts.

In part one, it was determined which process parameters were most promising for optimization efforts.

In part two, an experimental design was set up based on the information gathered in part one. In this sub-task, the effects of the parameter settings or combinations thereof were investigated.

In part three, an optimized recipe was created and experimentally verified based on the knowledge gathered in part two.

## EXPERIMENTAL SETUP

The plasma etching tool is a STS-ASE inductively coupled plasma (ICP) DRIE tool, equipped with  $\text{SF}_6$ ,  $\text{O}_2$ ,  $\text{C}_4\text{F}_8$ , and Ar as process gases.

The gas chopping etching process consists of two alternating steps: Deposition and etching (figure 1).

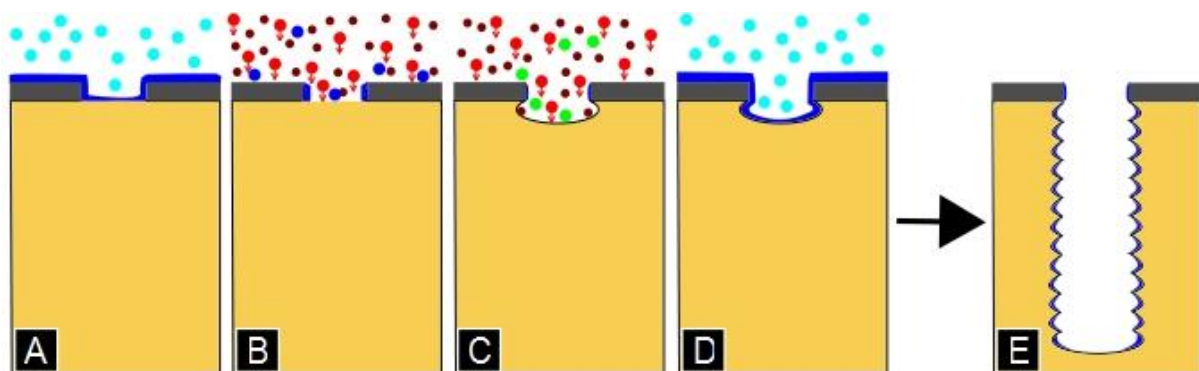


Figure 1: Gas chopping process. During the deposition step (A)  $\text{C}_x\text{F}_y$ -radicals (light blue) build up a polymer layer on the whole surface. During etching first the polymer has to be removed by ions (red) (B), then the silicon is etched by F-radicals (dark red) and diffuses into the chamber as  $\text{SiF}_4$  (green) (C). Then the next deposition step (D) starts the new cycle. The profile shown in E results after various cycles.

During the deposition step  $\text{C}_4\text{F}_8$  is dissociated into  $\text{CF}_x$ -Radicals that diffuse to the wafer building up a polymerization film on the whole surface. The thickness of this layer is mainly determined by the duration of the deposition step, the chamber pressure, applied power and the gas flow. During the whole etching step  $\text{SF}_6$  with or without  $\text{O}_2$  is used to generate F-radicals and ions. First the polymer layer has to be removed from the hori-

zontal surfaces by ion bombardment. How long this takes depends on the layer thickness, the energy and the angles of the ions. Blauw et al. [10] suggest that O<sub>2</sub> –Addition also helps to remove the polymer. In the second part of this step the barefaced silicon is further excited by the ion bombardment and etched by F-radicals. The etching performance is determined by the applied ICP-power, rf-power, gas flow rates, chamber pressure and the duration of this step. This process results in a profile with ripples in the sidewalls, scaling with the cycle duration.

The wafer is loaded through a load lock via a robot arm into the process chamber. In the process chamber, it is pressed at its rim against the table. A lip seal is installed in the table so that the wafer backside is sealed from the vacuum or gases of the process chamber. Helium is introduced into the gap between the wafer backside and the table, thus providing thermal contact (helium backside cooling). The table temperature is controlled by cooling water at 20°C.

The chamber walls are heated to minimize deposition of plasma polymer.

The temperature on the wafer can be measured by a pyrometer. The pyrometer reading is interfered by the plasma glow itself. Furthermore, the pyrometer is calibrated to photoresist. As silicon is etched, the area of the wafer visible to the pyrometer will be both silicon and resist. So, the pyrometer may not be suitable to record absolute temperature values, but is well suited to record the temperature rise caused by the heating during the plasma processes.

The plasma tool requires the etching of a full wafer each time. It is not possible to process pieces of wafers, because of transfer by a robot arm, and also because of the helium backside cooling. It may be possible to place pieces of wafers onto a full size carrier wafer but temperature control of the processed sample is reduced, if not lost.

## **PRE-TESTS**

As there are more than 10 process parameters to adjust, it is not practical to investigate the effects of all parameters, as each variation of a process parameter or each experiment requires one wafer.



It was therefore decided to investigate the effect of only 5 parameters, by means of a fractional factorial  $2^{(5-1)}$  design [11]. The first task was to identify those 5 parameters that should be investigated in the  $2^{(5-1)}$  design. These parameters should be promising for the optimization of the etching recipe.

Therefore, some pre-tests have been carried out. Wafers were oxidized (thermal wet oxidation) to  $1.8\text{ }\mu\text{m}$ , and coated by photoresist AZ 9260 ( $9\text{ }\mu\text{m}$ ).  $30\text{ }\mu\text{m}$  circular holes were exposed and developed into the resist. The resist structures were transferred into the oxide by wet chemical etching. Because of the isotropic nature of the wet chemical etching process, the diameters of the holes were increased to  $35\text{ }\mu\text{m}$ .

The aim was to examine the trends of parameter variations, and to determine the ranges of the parameter values which should be investigated in the DoE. Limits are due to tool specifications. Furthermore, the goal is to develop a recipe for high aspect ratio etching of circular holes. Therefore, it is not useful to extend parameter ranges into an isotropic etching regime, for instance.

The investigation of the proper parameter ranges for the optimization in course of the DoE is depicted in figure 2. The desired profile is vertical. The desired recipe shall have a high etching rate. The tool parameter space is symbolized by the two parameters A and B. For instance, A can be a gas flow rate, and B the r.f. power. With the parameters close to the lowest or highest values, undesirable profile shapes are produced, or the etching rates are too low. It is therefore not useful to use these parameter settings during the DoE.

With the parameters in the range of the red box, profile shapes similar to the desired shape are produced. It is therefore sensible to search for the optimized recipe within a parameter range symbolized by the red box in figure 2.

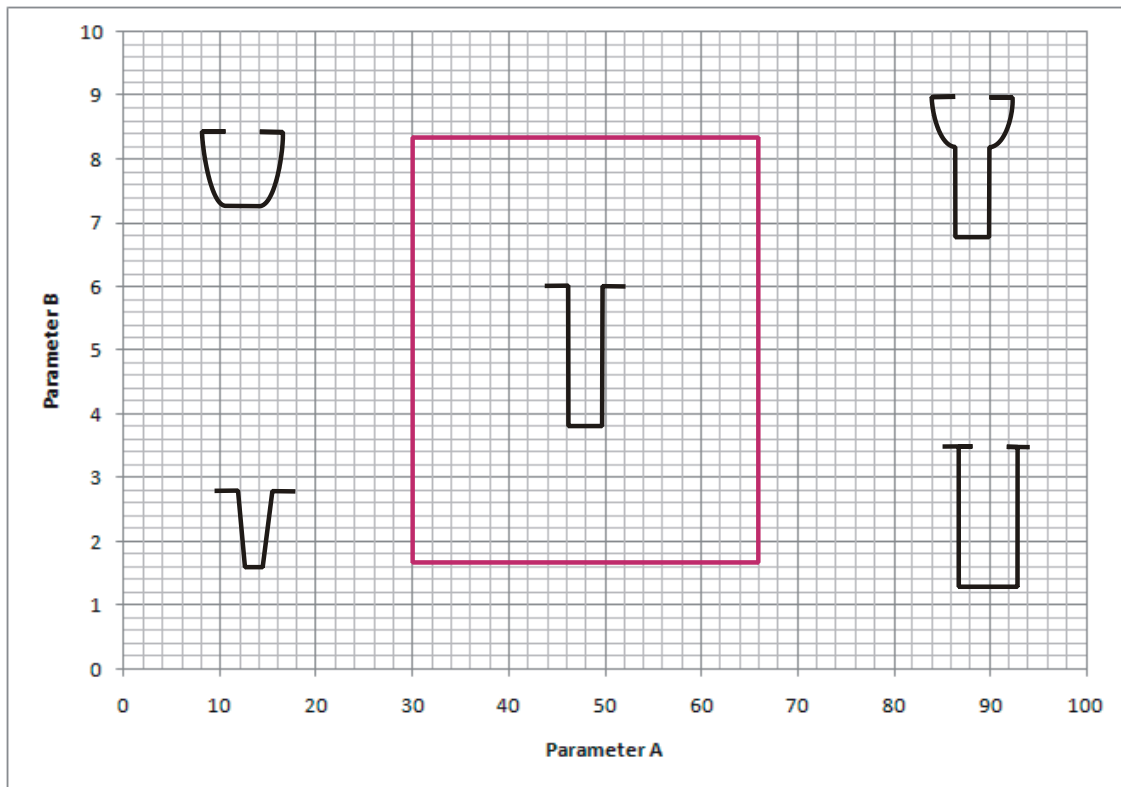


Figure 2: The full parameter space of the tool is symbolized by the parameters A and B. With the parameters in the extreme positions, the non desired profile shapes will appear. With the parameters inside the red box, the profiles are similar to the desired results. Optimization will be done with the parameter range symbolized by the red box.

In order to keep the consumption of wafers to a minimum, each wafer was covered by a aluminum foil which exposed only a quarter of the wafer to the plasma. After 4 experiments (of 30 min processing time each) were done, the wafer was cleaved and examined by scanning electron microscopy (SEM). This procedure introduces some inaccuracies however, these disadvantages are compensated by the savings in time, efforts and resources.

The parameters examined in these pre-tests were:  $\text{SF}_6$  flow rate,  $\text{O}_2$  content, d.c.bias, timing ratio  $\beta$  of etching-to-passivation step, throttle valve position, and ICP power.

These parameters were chosen because of the following considerations.

The amount of sidewall passivation, and hence the amount of undercut, sidewall erosion or bowing is determined by the thickness of the deposited passivation layer. This can be

controlled by the cycle ratio  $\beta$ .

The ICP power determines the plasma density, and hence the amount of radicals and ions which contribute to the etching of silicon.

Likewise, the  $\text{SF}_6$  flow rate determines the supply of etchants.

The electrical potential difference between the plasma bulk and the sample determines the ion energy at the wafer, which will influence the etching of silicon, as well as the selectivity to photo resist.

Oxygen addition to the  $\text{SF}_6$  influences the density of F radicals [12]. Furthermore, oxygen radicals will contribute to plasma polymer etching. Thus, oxygen may result in increased polymer removal at the bottom of the etched features, or to increased sidewall erosion.

Increasing the ICP power above the value of a standard recipe (supplied by the machine manufacturer) resulted in uncontrolled heating of the wafer, so that this experiment had to be aborted. ICP power therefore was fixed to 600 W.

The  $\text{SF}_6$  flow rate was varied between 40 to 300 sccm. Increasing  $\text{SF}_6$  flow rate increased the depth of etching at the expense of larger sidewall erosion.

Increasing the oxygen addition above 10% of  $\text{SF}_6$  flow rate would result in pronounced sidewall erosion.

Low values of d.c. bias would result in an etching rate too low, while high values would result in sidewall erosion.

Values of  $\beta$  too low resulted in low etching rate and sidewall erosion, while values of up to 3 would improve the etching rate and overall quality of the etched feature.

It was found during these pre-tests, that the wafer temperature control was not sufficient. Aggressive etching processes led to increased wafer heating.

In order to separate the effects of the process parameters discussed above from the effect of temperature rise of the wafer, it was decided to include cooling steps in the recipes of the subsequent DoE.

## DESIGN OF EXPERIMENTS

Based on the knowledge gathered during the pre-tests, it was decided that 5 parameters should be examined in a  $2^{(5-1)}$  fractional factorial design, in particular the position of the throttle valve, the  $\text{SF}_6$  flow rate, the amount of oxygen addition, the cycle ratio  $\beta$ , and the d.c. bias voltage. Furthermore, the range of the parameter values was chosen according to table 1.

Table 1: Parameter set for the  $2^{(5-1)}$  fractional factorial design of experiments.

Factor	Description	Lower value	Upper value
A	Throttle valve position	70 %	82 %
B	$\text{SF}_6$ flow rate	130 sccm	180 sccm
C	Amount of oxygen addition	0 %	10 %
D	B	1.86	3
E	d.c. bias	70 V	120 V
(Not varied in the experimental design)	$\text{C}_4\text{F}_8$ flow rate	85 sccm	
	ICP power	600 W	
	Duration (etching + deposition cycle)	30 s	

The values as listed in table 1 were chosen because values outside these ranges resulted in either large amount of sidewall erosion, and hence an almost isotropic profile, or an etching rate or selectivity too low. The amount of experiments required for this DoE is 16 [11].

The response variables for these experiments can be divided into two groups: Quantitative properties and qualitative data.

The quantitative properties are:

Depth of etching (DE) into silicon (more is better).

Removal of resist and oxide mask layers (less is better).

Largest diameter of the hole (diameter equal to the mask diameter is optimum).

Aspect ratio AR (=depth of etching / largest diameter) (larger is better).

Uniformity (= (mean DE center – mean DE wafer edge )/ mean DE all wafer) (0% is optimum).

Maximum temperature of the wafer during processing (i.e., heating) (table temperature is optimum, less than 50°C acceptable).

The qualitative data are evaluated by giving marks according to the following list:

- Bowing -3 to +3 (0 is optimum).
- Passivation -3 to +3 (0 is optimum).
- Passivation at the top of the hole 1 to 3 (1 is optimum).
- Profile shape at the bottom 1 to 3 (2 is optimum).
- Overall appearance of the etched hole 1 to 6 (1 is optimum).

In this way, the qualitative response variables are transferred into numerical values representing the rank order, which can be evaluated following the standard procedures of DoE [13, 14].

Aspect ratio dependent etch rate limiting factors start to make an influence at higher aspect ratios [15]. It is therefore required, that each of these experiments reaches a certain aspect ratio, because the optimization shall be done for higher aspect ratios (for circular holes). On the other hand, it must be avoided that a wafer is etched through by any of these experiments, because in such a case, results are not comparable. For in-

stance the etching rate could not be determined, only a lower limit.

It was therefore decided that each experiment would run for 240 cycles of etching and deposition (with cooling steps introduced every 2 minutes). Prior to each experiment, a cleaning plasma was run in the processing chamber to restore it to a specified state, and to remove possible chamber contaminations of passivation layer.

The experiments were carried out in a random order to reduce the influence of temporal drifts on the results [11].

After plasma processing, the wafers were cleaved, and at least two holes in the center and the wafer edge, respectively, have been examined by SEM. Due to the slight angle between mask and crystal orientation not all the holes were cleaved exactly in the middle. The measured holes were chosen after looking at all cleaved holes. With this method it could be ensured that the measured and evaluated holes were cleaved straight in the middle, so that the shown figures represent the real profile. The values of the numerical response variables have been obtained by measuring the corresponding dimensions in the SEM micrographs, while the non-numerical variables were rated from these micrographs. The details of the experimental procedures are described in reference [16].

The complete design is shown in table 2.

Table 2: Complete experimental design.

randomized experimental number	Systematic No.	Factor A		Factor B		Factor C		Factor D		Factor ABCD = E	
		throttle valve position [% closed]		SF <sub>6</sub> flow rate [sccm]		O <sub>2</sub> addition [%]		cycle ratio $\beta$		d.c. bias [V]	
7	1	-1	70%	-1	130	-1	0%	-1	1,86	1	120
2	2	1	82%	-1	130	-1	0%	-1	1,86	-1	70
6	3	-1	70%	1	180	-1	0%	-1	1,86	-1	70
12	4	1	82%	1	180	-1	0%	-1	1,86	1	120
5	5	-1	70%	-1	130	1	10%	-1	1,86	-1	70
11	6	1	82%	-1	130	1	10%	-1	1,86	1	120
13	7	-1	70%	1	180	1	10%	-1	1,86	1	120
1	8	1	82%	1	180	1	10%	-1	1,86	-1	70
14	9	-1	70%	-1	130	-1	0%	1	3	-1	70
10	10	1	82%	-1	130	-1	0%	1	3	1	120
4	11	-1	70%	1	180	-1	0%	1	3	1	120
15	12	1	82%	1	180	-1	0%	1	3	-1	70
3	13	-1	70%	-1	130	1	10%	1	3	1	120
16	14	1	82%	-1	130	1	10%	1	3	-1	70
8	15	-1	70%	1	180	1	10%	1	3	-1	70
9	16	1	82%	1	180	1	10%	1	3	1	120

## RESULTS

The results obtained from the experiments were evaluated according the arts of DoE a significance level of 95% was employed.

Using this significance level, only three process parameters have a significant effect: Throttle valve position, d.c. bias, and the interaction of oxygen addition and cycle ratio  $\beta$ .

Table 3 summarizes the best experimental results.

Table 3: Summary of the best experimental results.

	This experiment	Mean value (all experiments)	Throttle position [% closed]	SF <sub>6</sub> flow [sccm]	O <sub>2</sub> addition [% SF <sub>6</sub> flow]	β [1]	d.c. bias [V]
Best hole (overall appearance) [marks]	1,93	3,36	82	180	0	3	70
Max. DE [μm]	331,45	245,43	82	180	0	3	70
Lowest max diameter [μm]	35,24	45,52	70	180	0	1,86	70
Largest AR [1]	7,65	5,59	82	130	0	1,86	70
Best Uniformity [%]	-0,28	-1,01	70	180	10	3	70

The full experimental results will be available elsewhere [16].

None of the parameters did have a significant effect on the wafer temperature, which suggests that the applied cooling steps are sufficient to avoid excessive wafer heating. This is in accordance with the observations during the experiments.

A linear model can be made to predict the experimental results, for 240 cycles and the cooling steps described above. We will restrict the prediction models to the response variables: depth of etching DE, resist and mask removal RMR, bowing B, profile slope at the bottom PB, and uniformity U<sup>1</sup>:

$$DE = 245\mu + 793\mu \cdot \Delta Throttle$$

$$RMR = 6.3\mu - 417\mu \cdot \Delta Throttle$$

$$B = 0.31 + 24 \cdot \Delta Throttle$$

$$PB = 2.2 + 13 \cdot \Delta Throttle$$

<sup>1</sup> Here, only statistically significant effects (significance level 95%) are considered for the sake of clarity and simplicity of the formulas.



$$U = -0.01\%, +0.28\% \cdot \Delta O_2 \Delta \beta$$

Here,

$$\Delta Throttle = Throttle - 0.76$$

$$\Delta O_2 = O_2 - 0.05, \text{ and}$$

$$\Delta \beta = \beta - 2.43,$$

where *Throttle* is the throttle valve position (1 is fully closed),  $O_2$  the amount of oxygen addition, and  $\beta$  the cycle ratio.

### FURTHER OPTIMIZATION

One of the experiments listed in table 2 already reaches the required depth (fig. 3). The overall appearance is good, however, there is some bowing (rated 3).

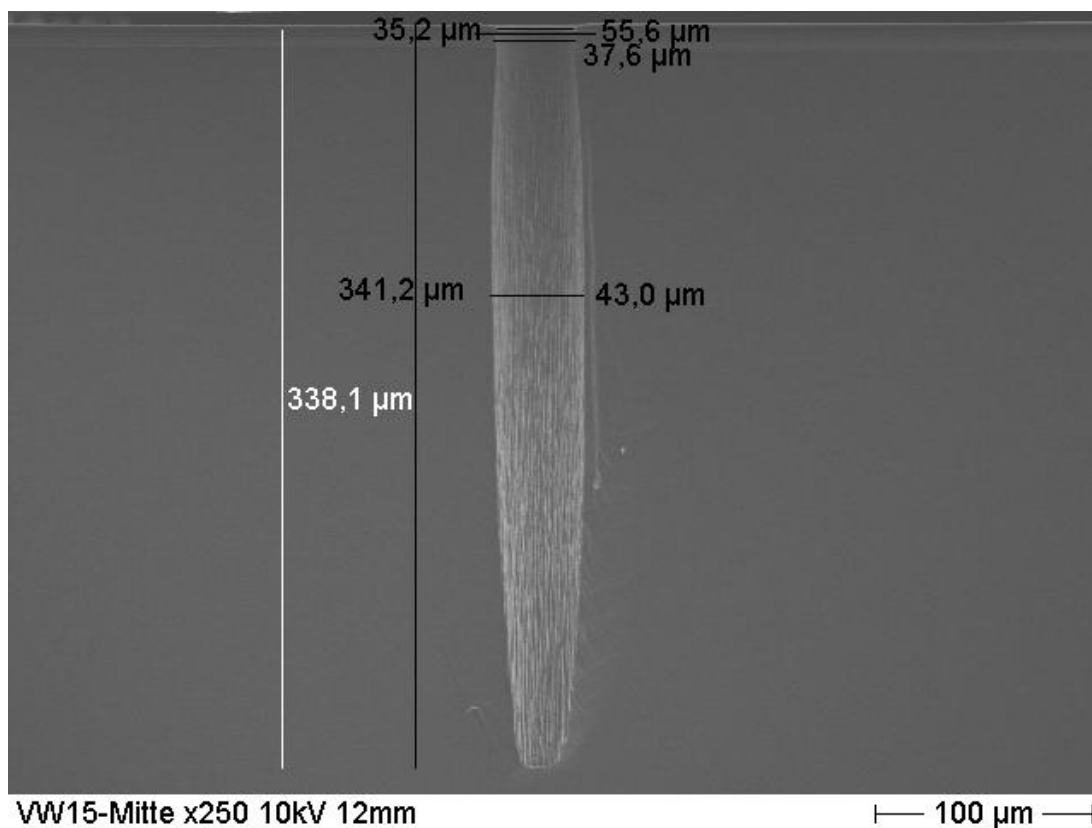


Figure 3: Micrograph of a cross section of a hole etched into the wafer. The depth is 338 μm.

It was decided to optimize the recipe to etch through the wafer. To achieve this, the recipe yielding the highest depth of etching (fig. 3) was extended to 480 cycles. This recipe was capable of etching through the wafer. The profile also shows some bowing and a narrowing of the sidewalls at the bottom (fig. 4). These effects were also observed with the non-extended recipe, figure 3.

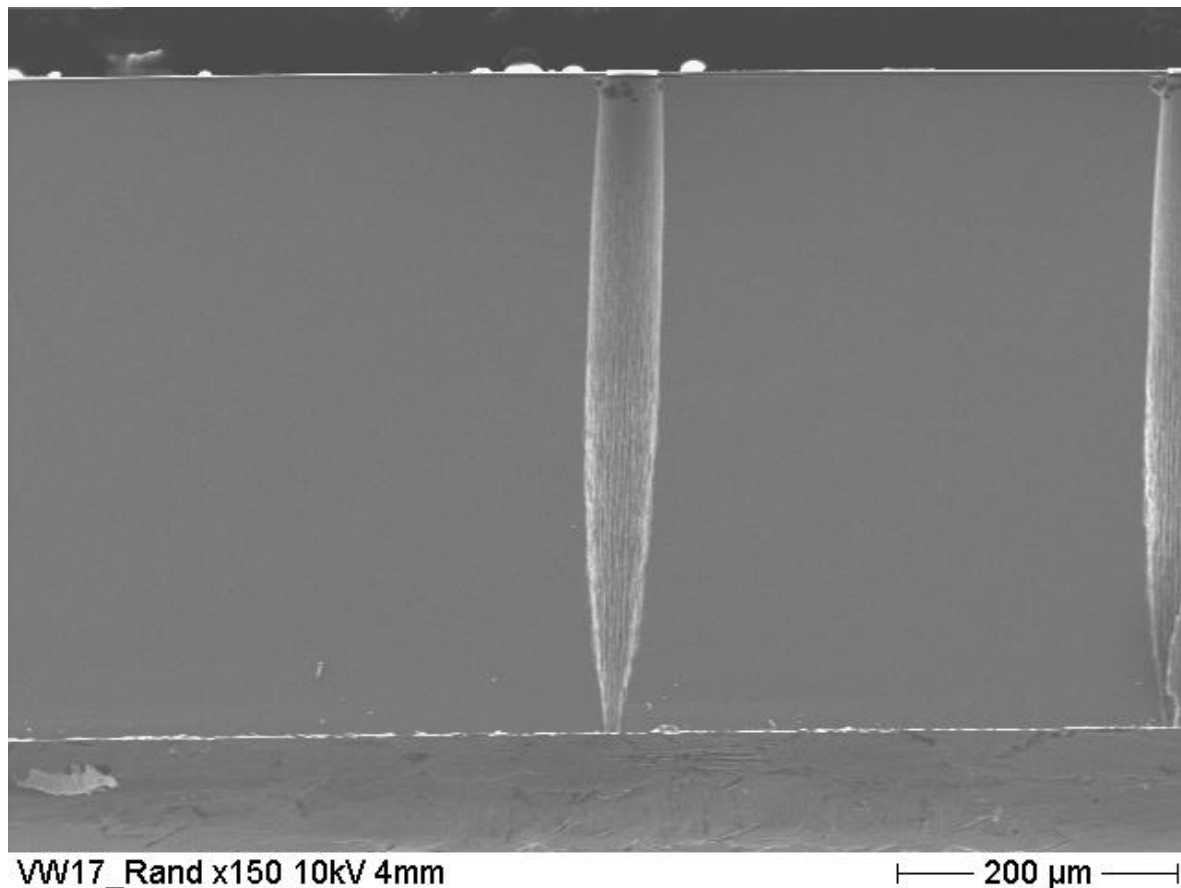


Figure 4. Circular hole etched through the wafer.

The linear model predicts less bowing  $B$  and a more vertical profile shape at the bottom  $PB$  with the lower settings of the throttle valve position, however, at the expense of a lower etching rate and depth of etching  $DE$ . This may be caused by a narrower ion angular distribution and increased ion energies due to lower chamber pressure [10, 17-19]. Further explanations to this argument are given by Schumann [16]. To reduce the amount of bowing and to improve the profile shape at the bottom, the parameters were altered during the etching process. In particular, 2 etching recipes (low and high throttle

valve values) were carried out in an alternating sequence to adjust the profile shape as the hole becomes deeper (fig 5). There are major differences to the recipe of fig. 4. The amount of bowing is reduced so that the hole, especially in the upper part, is more vertical than that of figure 3. However, in the lower part of the hole, the sidewalls are positively sloped, and the hole becomes narrower. But this effect is not so pronounced as with the recipe of fig. 4.

The hole is not completely etched through the wafer. This is in accordance with the lower etching rate expected for lower throttle valve values.

As the optimized recipe surpasses the requirements (300  $\mu\text{m}$ ) for the depth of etching with good sidewall quality (in the upper part of the hole), the optimizations were ended at this stage.

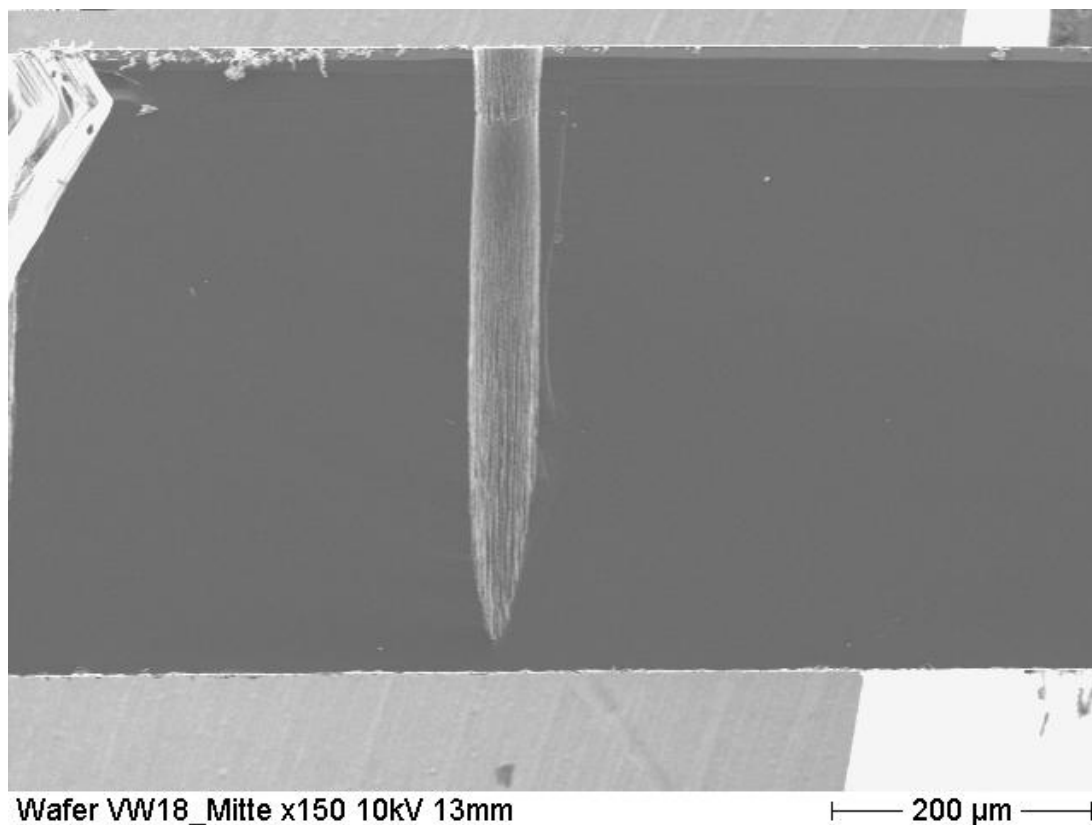


Figure 5: Micrograph of a cross section of a hole etched by a “sequenced” recipe.

## DISCUSSION

Of the many parameters investigated during the DoE, there is only one parameter that has a significant effect (level: 95%) on nearly all response variables: the throttle valve position. As can be seen from the linear prediction models, higher throttle valve values

(i.e., higher chamber pressure) improve both etching rate and selectivity, and increase the bowing. The other parameters (d.c. bias, SF<sub>6</sub> flow or oxygen addition, or the cycle ratio) do not significantly contribute to the effect. Using more experiments than the present experimental design, or extending the range of variation of these parameters could reveal that some of them might become significant.

On the other hand, the pre-tests suggested that parameters set to values outside these ranges would yield to undesired results, e.g. large amount of mask erosion for higher values of d.c. bias. Also, the experimental design was chosen to employ a minimum of experiments.

Furthermore, the results are only true for these recipes with 240 cycles, etched to a depth of about 250 µm ( $\pm 70$  µm). Predictions for shorter or longer process runs are extrapolations which have to be treated with care.

As depth of etching and the amount of bowing mainly depend on the throttle valve position, it is not possible to optimize the profile shape independently of the etching rate.

The uniformity depends on interaction of the amount of oxygen addition and cycle ratio. A simple explanation is not possible. The etching rate, and hence the depth of etching, depends on the cycle ratio, polymer removal rate, and passivation layer thickness. The passivation layer thickness depends on the cycle ratio and the deposition rate. After the deposition step, the passivation layer is removed at the bottom of the structure during the etching step. Only after the polymer film is cleared, the silicon can be etched in the remaining time of the etching cycle.

Non uniformity may be introduced by a non-uniform distribution of plasma species over the diameter of the wafer, resulting in non-uniform deposition, polymer removal, and silicon etching rates. A higher cycle ratio increases the time left for the etching of silicon. Likewise, increased addition of oxygen helps to remove the polymer film and increase F radical formation [12].

It becomes clear that a number of effects are involved that contribute to uniformity, therefore a simple model cannot explain this effect.

Wafer heating is a serious problem when etching through a wafer. This problem was worked around by introducing cooling steps into the etching recipe every 2 minutes. As

a disadvantage, the duty cycle time of the recipe is considerably reduced, reducing the mean net etching rate (=depth of etching / total process duration). If the table could be cooled down by a temperature amount equal to the wafer heating, the cooling steps could be avoided while still maintaining temperature control. Furthermore, it would be possible to use the higher ICP power which is likely to further enhance the net etching rate.

## **SUMMARY AND OUTLOOK**

An etching recipe for the creation of circular via holes of 30  $\mu\text{m}$  diameter with vertical sidewalls in silicon wafers was developed using a  $2^{(5-1)}$  fractional factorial design. The parameters examined were the position of the throttle valve, the  $\text{SF}_6$  flow rate, the amount of oxygen addition, the cycle ratio  $\beta$ , and the d.c. bias voltage. It was found that the throttle valve position contributes to the depth of etching, the amount of mask removal, and the profile shape by a significance level of 95%. Uniformity is influenced by the interaction of cycle ratio and the amount of oxygen addition.

The recipe found by these experiments yields a depth of etching of more than 300  $\mu\text{m}$ . Further optimization (using the linear models derived from the DoE results) yielded a recipe for through-the-wafer-holes.

A major problem is the heating of the wafer during plasma processing, which was worked around by cooling steps. A more efficient cooling system would largely enhance the performance of the equipment, as these cooling steps could be avoided. As a consequence, the recipes would run considerably shorter, enhancing the throughput.

## **Acknowledgements**

As a part of the PRONANO (Proposal/Contract no.: IP 515739-2 PRONANO) this work has been supported by the European Union. The Authors like to thank the ZMN-Team Ilmenau for their support and advice. WS has also been supported by Infineon Technologies AG Regensburg.

## References:

1. Christensen, C., et al., *Wafer through-hole interconnections with high vertical wiring densities*. Components, Packaging, and Manufacturing Technology, Part A, IEEE Transactions on, 1996. **19**(4): p. 516-522.
2. Anthony, T.R., *Forming electrical interconnections through semiconductor wafers*. Journal of Applied Physics, 1981. **52**(8): p. 5340-5349.
3. Soh, H.T., et al., *Ultra-Low Resistance, Through-Wafer Via (TWV) Technology and Its Applications in Three Dimensional Structures on Silicon*. Japanese Journal of Applied Physics, 1999. **38**(Part 1, No. 4B): p. 2393.
4. Burkett, S.L., et al., *Advanced processing techniques for through-wafer interconnects*. Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures, 2004. **22**(1): p. 248-256.
5. Rangelow, I.W. *Critical tasks in high aspect ratio silicon dry etching for microelectromechanical systems*. 2003: AVS.
6. Tsujimoto, K., et al. *A new side wall protection technique in microwave plasma etching using a Chopping Method*. in *Extended abstracts of the 18th (1986 international) Conference on solid State Devices and Materials*. 1986.
7. Volland, B., et al. *Dry etching with gas chopping without rippled sidewalls*. 1999: AVS.
8. Volland, B.E., *Dissertation: Profile simulation of gas chopping etching processes - Model development and comparison with experiments*, in *Institute of Physics*. 2004, University of Kassel: Kassel.
9. Laermer, F. and A. Schilp, *Method of anisotropically etching silicon*, in *U.S. Patent 5501893 (1996); German Patent DE4241045C1 (1994)*, U.S.P.T. Office, Editor. 1996, Robert Bosch GmbH: United States/Germany.
10. Blauw, M.A., T. Zijlstra, and E.v.d. Drift, *Balancing the etching and passivation in time-multiplexed deep dry etching of silicon*. Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures, 2001. **19**: p. 2930-2934.
11. Linß, G., *Qualitätsmanagement für Ingenieure : [mit Handbuch "Qualitätsmanagement" auf CD-ROM] ; mit 158 Tabellen*. 2., aktualisierte und erw. Aufl. ed. 2005, München [u.a.]: Fachbuchverl. Leipzig im Carl-Hanser-Verl. XVI, 634 S.
12. Elwenspoek, M. and H.V. Jansen, *Silicon micromachining*. 1998, Cambridge [u.a.]: Cambridge University Press. XIII, 405 S.
13. Scheffler, E., *Einführung in die Praxis der statistischen Versuchsplanung : mit 195 Tabellen und 3 Anhängen*. 2., stark überarb. Aufl. ed. 1986, Leipzig: Dt. Verl. für Grundstoffindustrie. 440 S.
14. Kleppmann, W., *Taschenbuch Versuchsplanung : Produkte und Prozesse optimieren*. 4., überarb. Aufl. ed. 2006, München [u.a.]: Hanser. XI, 317 S.
15. Rangelow, I.W., *Deep etching of silicon*. 1996, Wrocław: Oficyna Wydawn. Politechn. 119 S.
16. Schumann, W., *Diplomarbeit (in preparation)*, in *Department of Microelectronic and Nanoelectronic Systems*. 2009, Ilmenau University of Technology: Ilmenau.
17. Woodworth, J.R., et al., *Ion energy and angular distributions in inductively coupled radio frequency discharges in argon*. Journal of Applied Physics, 1996. **80**(3): p. 1304-1311.
18. Zheng, J., R.P. Brinkmann, and J.P. McVittie, *The effect of the presheath on the ion angular distribution at the wafer surface*. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 1995. **13**: p. 859-864.
19. Liu, J., G.L. Huppert, and H.H. Sawin, *Ion bombardment in rf plasmas*. Journal of Applied Physics, 1990. **68**(8): p. 3916-3934.

## Authors:

Schumann Wiebke  
Volland Burkhard  
Rangelow Ivo W.  
TU Ilmenau, Gustav-Kirchhoff-Str. 1, P.O.B. 10 05 65  
98 684, Ilmenau  
Phone: +49 (0) 3677 69-3124  
Fax: 49 (0) 3677 69-3132  
E-mail: burkhard.volland@tu-ilmenau.de

## Literatur

1. Widmann, D., H. Mader, and H. Friedrich, *Technologie hochintegrierter Schaltungen*. 1988, Berlin [u.a.]: Springer. 320 S.
2. Christensen, C., et al., *Wafer through-hole interconnections with high vertical wiring densities*. Components, Packaging, and Manufacturing Technology, Part A, IEEE Transactions on, 1996. **19**(4): p. 516-522.
3. Soh, H.T., et al., *Ultra-Low Resistance, Through-Wafer Via (TWV) Technology and Its Applications in Three Dimensional Structures on Silicon*. Japanese Journal of Applied Physics, 1999. **38**(Part 1, No. 4B): p. 2393.
4. Ivanova, K., et al. *Scanning proximal probes for parallel imaging and lithography*. 2008: AVS.
5. Fantner, G. and W. Schumann, *Use of self actuating and self sensing cantilevers for imaging biological samples in fluid*. Nanotechnology, 2009. **accepted for publication 24 July 2009 - siehe Anhang**.
6. Sarov, Y., et al., *Parallel Proximal Probe Arrays with Vertical Interconnections*. Journal of Vacuum Science & Technology, 2009. **accepted for publication**.
7. Köhler, M., *Ätzverfahren für die Mikrotechnik*. 1998, Weinheim ;New York ;Chichester ;Brisbane ;Singapore ;Toronto: Wiley-VCH. XVI, 398 S.
8. May, G.S. and S.M. Sze, *Fundamentals of semiconductor fabrication*. 2004, Hoboken, NJ: Wiley. XIII, 305 S.
9. Lehmann, V., *Electrochemistry of silicon : instrumentation, science, materials and applications*. 2002, Weinheim: Wiley-VCH. XI, 277 S.
10. Christophersen, M., *Untersuchungen zur Makroporenbildung in Silizium und deren technologischen Nutzung*, in *Technischen Fakultät*. 2002, Christian-Albrechts-Universität zu Kiel: Kiel. p. 191.
11. Chapman, B.N., *Glow discharge processes : sputtering and plasma etching*. 1980, New York, NY [u.a.]: Wiley. XV, 406 S.
12. Hwang, H.H., et al., *Simulations and experiments of etching of silicon in HBr plasmas for high aspect ratio features*. Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures, 2002. **20**(6): p. 2199-2205.
13. Pang, S.W. *Dry micromachining of high-aspect-ratio Si for microsensors*. 1995: SPIE.
14. Asmussen, J., Jr., et al., *The design and application of electron cyclotron resonance-discharges*. IEEE Transactions on Plasma Science, 1997. **25**(6): p. 1196 - 1221.
15. Shul, R.J., *Handbook of advanced plasma processing techniques*. 2000, Berlin [u.a.]: Springer. XVI, 653 S.
16. Elwenspoek, M. and H.V. Jansen, *Silicon micromachining*. 1998, Cambridge [u.a.]: Cambridge University Press. XIII, 405 S.

17. Cui, Z., *Micro-nanofabrication : technologies and applications*. 2005, Beijing [u.a.]: Springer [u.a.]. X, 304 S.
18. Rangelow, I.W., *Deep etching of silicon*. 1996, Wrocław: Oficyna Wydawn. Politechn. 119 S.
19. Craciun, G., et al., *Temperature influence on etching deep holes with SF<sub>6</sub>/O<sub>2</sub> cryogenic plasma*. Journal of Micromechanics and Microengineering, 2002. **12**(4): p. 390-394.
20. Tsujimoto, K., et al. *A new side wall protection technique in microwave plasma etching using a Chopping Method*. in *Extended abstracts of the 18th (1986 international) Conference on solid State Devices and Materials*. 1986.
21. Volland, B., et al. *Dry etching with gas chopping without rippled sidewalls*. 1999: AVS.
22. Laermer, F. and A. Urban, *Challenges, developments and applications of silicon deep reactive ion etching*. Microelectronic Engineering, 2003. **67-68**: p. 349-355.
23. Blauw, M.A., et al., *Advanced time-multiplexed plasma etching of high aspect ratio silicon structures*. Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures, 2002. **20**: p. 3106-3110.
24. Adam, T.N., et al., *Cyclic deep reactive ion etching with mask replenishment*. Journal of Micromechanics and Microengineering, 2007. **17**(9): p. 1773-1780.
25. Laermer, F. and A. Schilp, *Method of anisotropically etching silicon*, in *U.S. Patent 5501893 (1996); German Patent DE4241045C1 (1994)*, U.S.P.T. Office, Editor. 1996, Robert Bosch GmbH: United States/Germany.
26. Dauksher, W.J., et al. *Modeling and development of a deep silicon etch process for 200 mm election projection lithography mask fabrication*. 2001: AVS.
27. Rauf, S., et al., *Model for a multiple-step deep Si etch process*. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 2002. **20**(4): p. 1177-1190.
28. Kokkoris, G., et al., *Simulation of SiO<sub>2</sub> and Si feature etching for microelectronics and microelectromechanical systems fabrication: A combined simulator coupling modules of surface etching, local flux calculation, and profile evolution*. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 2004. **22**(4): p. 1896-1902.
29. Coburn, J.W. and H.F. Winters, *Ion- and electron-assisted gas-surface chemistry--- An important effect in plasma etching*. Journal of Applied Physics, 1979. **50**(5): p. 3189-3196.
30. Hirobe, K., K.-i. Kawamura, and K. Nojiri, *Formation of deep holes in silicon by reactive ion etching*. Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures, 1987. **5**(2): p. 594-600.
31. Arnold, J.C., D.C. Gray, and H.H. Sawin, *Influence of reactant transport on fluorine reactive ion etching of deep trenches in silicon*. Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures, 1993. **11**(6): p. 2071-2080.



32. Coburn, J.W. and H.F. Winters, *Conductance considerations in the reactive ion etching of high aspect ratio features*. Applied Physics Letters, 1989. **55**(26): p. 2730-2732.
33. Kokkoris, G., A.G. Boudouvis, and E. Gogolides, *Integrated framework for the flux calculation of neutral species inside trenches and holes during plasma etching*. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 2006. **24**(6): p. 2008-2020.
34. Belen, R.J., et al., *Feature-scale model of Si etching in SF<sub>6</sub>/O<sub>2</sub> plasma and comparison with experiments*. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 2005. **23**(5): p. 1430-1439.
35. Pons, M., J. Pelletier, and O. Joubert, *Anisotropic etching of polymers in SO<sub>2</sub>/O<sub>2</sub> plasmas: Hypotheses on surface mechanisms*. Journal of Applied Physics, 1994. **75**(9): p. 4709-4715.
36. Rangelow, I.W. *Critical tasks in high aspect ratio silicon dry etching for microelectromechanical systems*. 2003: AVS.
37. Kiihamaki, J. and S. Franssila. *Pattern shape effects and artefacts in deep silicon etching*. 1999: AVS.
38. Jansen, H., et al. *The black silicon method. IV. The fabrication of three-dimensional structures in silicon with high aspect ratios for scanning probe microscopy and other applications*. in *Micro Electro Mechanical Systems, 1995, MEMS '95, Proceedings. IEEE*. 1995.
39. Rangelow, I.W., *Dry etching-based silicon micro-machining for MEMS*. Vacuum, 2001. **62**(2-3): p. 279-291.
40. Liu, J., G.L. Huppert, and H.H. Sawin, *Ion bombardment in rf plasmas*. Journal of Applied Physics, 1990. **68**(8): p. 3916-3934.
41. Bogart, K.H.A., et al., *Mask charging and profile evolution during chlorine plasma etching of silicon*. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 2000. **18**(1): p. 197-206.
42. Blauw, M.A., T. Zijlstra, and E.v.d. Drift, *Balancing the etching and passivation in time-multiplexed deep dry etching of silicon*. Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures, 2001. **19**: p. 2930-2934.
43. Zheng, J., R.P. Brinkmann, and J.P. McVittie, *The effect of the presheath on the ion angular distribution at the wafer surface*. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 1995. **13**: p. 859-864.
44. Chen, W. and B. Abraham-Shrauner, *The effects of ion sheath collisions on trench etch profiles*. Journal of Applied Physics, 1997. **81**(6): p. 2547-2554.
45. Kurihara, K. and M. Sekine, *Plasma characteristics observed through high-aspect-ratio holes in plasma*. Plasma Sources Science and Technology, 1996. **5**(2): p. 121-125.

46. Ingram, S.G., *The influence of substrate topography on ion bombardment in plasma etching*. Journal of Applied Physics, 1990. **68**(2): p. 500-504.
47. Ohara, J., et al. *A new deep reactive ion etching process by dual sidewall protection-layer*. in *The Thirteenth Annual International Conference on Micro Electro Mechanical Systems, 2000. MEMS 2000*. 2000.
48. Woodworth, J.R., et al., *Ion energy and angular distributions in inductively coupled radio frequency discharges in argon*. Journal of Applied Physics, 1996. **80**(3): p. 1304-1311.
49. Petit, B. and J. Pelletier, *A Parametric Study of the Etching of Silicon in SF<sub>6</sub> Microwave Multipolar Plasmas: Interpretation of Etching Mechanisms*. Japanese Journal of Applied Physics, 1987. **26**(Part 1, No. 6): p. 825.
50. Kushner, M.J., *Distribution of ion energies incident on electrodes in capacitively coupled rf discharges*. Journal of Applied Physics, 1985. **58**(11): p. 4024-4031.
51. Yeom, J., Y. Wu, and M.A. Shannon, *Critical aspect ratio dependence in deep reactive ion etching of silicon*, in *12th International Conference on TRANSDUCERS, Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, 2003*. 2003. p. 1631- 1634.
52. Yin, Y. and H.H. Sawin, *Angular etching yields of polysilicon and dielectric materials in Cl<sub>2</sub>/Ar and fluorocarbon plasmas*. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 2008. **26**(1): p. 161-173.
53. Craciun, G., et al., *Transducers '01/Eurosensors XV : digest of technical papers Aspect ratio and crystall orientation dependence in deep dry silicon etching at cryogenic temperatures*. Transducers '01/Eurosensors XV : digest of technical papers. 2001, Munich, Berlin [u.a.]: Springer.
54. Panda, S., R. Ranade, and G.S. Mathad, *Etching High Aspect Ratio Silicon Trenches*. Journal of The Electrochemical Society, 2003. **150**(10): p. G612-G616.
55. Yeom, J., et al., *Maximum achievable aspect ratio in deep reactive ion etching of silicon due to aspect ratio dependent transport and the microloading effect*. Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures, 2005. **23**(6): p. 2319-2329.
56. Gottscho, R.A., C.W. Jurgensen, and D.J. Vitkavage, *Microscopic uniformity in plasma etching*. Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures, 1992. **10**(5): p. 2133-2147.
57. Marty, F., et al., *Advanced etching of silicon based on deep reactive ion etching for silicon high aspect ratio microstructures and three-dimensional micro- and nanostructures*. Microelectronics Journal, 2005. **36**(7): p. 673-677.
58. Larson, P.R., et al., *Atomic fluorine beam etching of silicon and related materials*. Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures, 2000. **18**(1): p. 307-312.

59. Samukawa, S., *Ultimate Top-down Etching Processes for Future Nanoscale Devices: Advanced Neutral-Beam Etching*. Japanese Journal of Applied Physics, 2006. **45**(4A): p. 2395.
60. Kokkoris, G., A. Tserepi, and E. Gogolides, *The potential of neutral beams for deep silicon nanostructure etching*. Journal of Physics D: Applied Physics, 2008. **41**(2): p. 024004.
61. Aachboun, S., et al., *Cryogenic etching of deep narrow trenches in silicon*. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 2000. **18**: p. 1848-1852.
62. Gomez, S., et al., *Etching of high aspect ratio structures in Si using SF<sub>6</sub>/O<sub>2</sub> plasma*. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 2004. **22**(3): p. 606-615.
63. Tian, W.-C., J.W. Weigold, and S.W. Pang, *Comparison of Cl<sub>2</sub> and F-based dry etching for high aspect ratio Si microstructures etched with an inductively coupled plasma source*. Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures, 2000. **18**(4): p. 1890-1896.
64. Muller, K.P., et al., *Trench storage node technology for gigabit DRAM generations*, in *International Electron Devices Meeting, 1996*. 1996: San Francisco, CA, USA. p. 507-510.
65. ARMACOST, M., et al., *Plasma-etching processes for ULSI semiconductor circuits*. IBM journal of research and development, 1999. **43**(1-2): p. 39-72.
66. Zijlstra, T., et al. *Fabrication of two-dimensional photonic crystal waveguides for 1.5  $\mu$  m in silicon by deep anisotropic dry etching*. 1999: AVS.
67. Lau, H.W., et al., *High aspect ratio submicron silicon pillars fabricated by photoassisted electrochemical etching and oxidation*. Applied Physics Letters, 1995. **67**(13): p. 1877-1879.
68. Chien, F.S.-S., et al., *Nanomachining of (110)-oriented silicon by scanning probe lithography and anisotropic wet etching*. Applied Physics Letters, 1999. **75**(16): p. 2429-2431.
69. Anthony, T.R., *Forming electrical interconnections through semiconductor wafers*. Journal of Applied Physics, 1981. **52**(8): p. 5340-5349.
70. Linß, G., *Qualitätsmanagement für Ingenieure : [mit Handbuch "Qualitätsmanagement" auf CD-ROM] ; mit 158 Tabellen*. 2., aktualisierte und erw. Aufl. ed. 2005, München [u.a.]: Fachbuchverl. Leipzig im Carl-Hanser-Verl. XVI, 634 S.
71. Kleppmann, W., *Taschenbuch Versuchsplanung : Produkte und Prozesse optimieren*. 4., überarb. Aufl. ed. 2006, München [u.a.]: Hanser. XI, 317 S.

72. Scheffler, E., *Einführung in die Praxis der statistischen Versuchsplanung : mit 195 Tabellen und 3 Anhängen*. 2., stark überarb. Aufl. ed. 1986, Leipzig: Dt. Verl. für Grundstoffindustrie. 440 S.
73. Wild, C. and P. Koidl, *Ion and electron dynamics in the sheath of radio-frequency glow discharges*. Journal of Applied Physics, 1991. **69**(5): p. 2909-2922.
74. O'Neill, J.A., M.S. Barnes, and J.H. Keller, *Optical ion energy measurements in a radio-frequency-induction plasma source*. Journal of Applied Physics, 1993. **73**(4): p. 1621-1626.
75. Gotoh, Y., T. Kure, and S.i. Tachi, *Estimation of Ion Incident Angle from Si Etching Profiles*. Japanese Journal of Applied Physics, 1993. **32**(Part 1, No. 6B): p. 3035.
76. Figueroa, R.F., et al. *Control of sidewall slope in silicon vias using SF<sub>6</sub>/O<sub>2</sub> plasma etching in a conventional reactive ion etching tool*. 2005: AVS.
77. Oehrlein, G.S., et al., *Fluorocarbon high-density plasmas. I. Fluorocarbon film deposition and etching using CF<sub>4</sub> and CHF<sub>3</sub>*. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 1994. **12**(2): p. 323-332.

# Eidesstattliche Erklärung

Hiermit erkläre ich, dass ich diese Arbeit selbständig durchgeführt und verfasst habe. Quellen, Literatur und Hilfsmittel, die von mir benutzt wurden, sind als solche gekennzeichnet.

---

Wiebke Schumann